

SINTERIZAÇÃO EM FORNO DE MICRO-ONDAS DO COMPÓSITO PARTICULADO MAGNETOELÉTRICO PZT/Fe-Ni

J. R. Muñoz Hoyos^{1*}, F.L. Zabotto², D. Garcia², R.H.G.A. Kiminami¹

*PPG-CEM - ¹Universidade Federal de São Carlos (UFSCar)- Departamento de Engenharia de Materiais, 13565-905, São Carlos, SP, Brasil

²Universidade Federal de São Carlos (UFSCar)- Departamento de Física, 13565-905, São Carlos, SP, Brasil

ruth@ufscar.br

RESUMO

Este trabalho teve por objetivo estudar a sinterização em forno de micro-ondas do compósito particulado PZT/Fe-Ni. Para realizar esta pesquisa, os pós de PZT e Fe-Ni foram preparados separadamente pelo método Pechini e depois misturados em ultraturrax. Amostras desse material foram sinterizadas em temperaturas entre 1100 e 1200 °C em forno de micro-ondas, e em forno convencional. As caracterizações das amostras sinterizadas foram realizadas por DRX, MEV, determinação da densidade aparente, caracterização das curvas de histerese ferroelétrica e medida do coeficiente de acoplamento magnetoelétrico. A densidade aparente do PZT/Fe-Ni sinterizado por micro-ondas foi de 90,9 %, valor próximo ao obtido na sinterização convencional de 91,5 %. Foi determinado o coeficiente de acoplamento magnetoelétrico, obtendo-se um valor de 0,7 mV/cmOe para a amostra sinterizada por micro-ondas e de 2,2 mV/cmOe para a sinterizada em forno convencional.

Palavras-chave: Sinterização, Micro-ondas, Método Pechini, PZT, Fe-Ni.

INTRODUÇÃO

Os materiais cerâmicos compósitos magnetoelétricos, constituídos principalmente por uma fase ferroelétrica e a outra ferromagnética, possuem

aplicações potenciais em diferentes dispositivos tecnológicos. As propriedades dielétricas e magnéticas específicas deste tipo de materiais, principalmente de compósitos particulados (conectividade 0-3), dependem do coeficiente piezoelétrico da fase ferroelétrica, do coeficiente magnetostritivo da fase magnética, da adequada homogeneidade sem difusão entre essas fases, do grau de densificação e da microestrutura do produto final que, por sua vez, se vinculam a fatores como, características do pó e parâmetros de sinterização ^(1,2). As fases utilizadas neste trabalho foram, o zirconato titanato de chumbo (PZT), $Pb(Zr_xTi_{1-x})O_3$, é um material ferroelétrico que apresenta estrutura perovskita ⁽³⁾, e apresenta significativos coeficientes piezoelétricos ^(1,4,5), e a ferrita de níquel (Fe-Ni), $NiFe_2O_4$, que apresenta considerável coeficiente magnetostritivo ⁽²⁾.

Convencionalmente os pós de PZT e Fe-Ni são obtidos por reação em estado sólido de mistura de óxidos, mas, grandes esforços têm sido realizados no desenvolvimento de métodos alternativos de síntese química visando o controle das características do pó, principalmente, pureza, morfologia e tamanho médio das partículas. Na síntese de PZT e Fe-Ni vários métodos de síntese têm sido utilizados, entre eles, o citrato gel ^(6,7), reação por combustão ^(6,8), coprecipitação ^(9,10), Pechini ⁽¹¹⁻¹⁴⁾, e sol-gel ⁽¹⁵⁾. Entre os métodos de síntese mencionados, o método Pechini permite preparar pós com alta pureza, boa homogeneidade em escala atômica, e tamanho médio de partículas na escala nanométrica ⁽¹¹⁻¹⁴⁾. O método consiste na formação de quelatos entre cátions metálicos, em solução aquosa com um ácido hidrocarboxílico. A presença do poliálcool (etileno glicol) na solução permite promover uma polimerização entre o citrato do íon metálico e o etileno glicol. O aquecimento com temperaturas moderadas (100 °C) causa reações de esterificação, dando origem a uma resina polimérica altamente viscosa ^(11,16). O polímero formado apresenta grande homogeneidade na dispersão dos cátions metálicos e, após, tratamento térmico adequado, a parte orgânica é eliminada, obtendo-se a fase desejada. A mistura convencional das fases normalmente é feita por moagem, mas neste trabalho foi usado um sistema de alta energia chamado Ultra-turrax, visando homogeneidade na mistura sem contaminação e em um tempo reduzido.

Independentemente do método de síntese esses compósitos normalmente são sinterizados em forno convencional, mas a volatilidade do componente PbO da fase PZT durante a sinterização tem sido historicamente um problema para a reprodução de cerâmicas ferroelétricas de PZT com alta qualidade. Sabe-se que a perda de PbO e a variação na composição resultante afeta tanto o processo de densificação como as propriedades intrínsecas eletromecânicas da cerâmica ⁽¹⁷⁾. Algumas pesquisas mostram que a presença de um excesso de PbO é fundamental para a obtenção de altas densidades ⁽¹⁸⁻²⁰⁾. Por outro lado, poderiam ser utilizados métodos alternativos de queima que permitam evitar a volatilização do PbO, e além, permitam o controle do crescimento dos grãos durante a sinterização. O aquecimento por micro-ondas é um processo alternativo para sinterizar materiais cerâmicos com microestruturas diferenciadas. Isto porque, enquanto na queima convencional, ocorre, inicialmente, o aquecimento da superfície do material e, só em seguida, por processos de convecção e condução, a energia térmica é transferida para o interior do corpo cerâmico, no aquecimento por micro-ondas a energia de micro-ondas é transformada em calor diretamente dentro do material (a partir da interação das moléculas e átomos com o campo eletromagnético, o que possibilita o aquecimento interno e volumétrico do material) ⁽²¹⁻²⁷⁾. Assim, o aquecimento por meio de micro-ondas é uma forma de processamento, que, em virtude de características particulares, possibilita ultrapassar as limitações do processo de queima convencional. Essas características são oriundas dos mecanismos de geração de calor envolvidos na utilização das micro-ondas, que permitem um aquecimento volumétrico da peça, de forma rápida e mais uniforme que no caso da sinterização convencional ⁽²¹⁾. Pelo fato da sinterização em elevada temperatura, levar um curto período de tempo, produtos de maior ou igual densidade relativa e menor tamanho de grão, podem ser obtidos, comparativamente à sinterização convencional ⁽²³⁾. Desta forma, o curto tempo que se precisa na sinterização por micro-ondas poderia permitir a densificação de PZT sem o uso do excesso de PbO necessário na sinterização convencional, além de conseguir a obtenção de vários benefícios tais como a redução do tamanho médio dos grãos, redução no tempo de processamento, e a economia de energia. A partir dessas motivações, este trabalho teve por objetivo investigar a aplicação de sinterização por micro-

ondas de compósitos PZT/Fe-Ni, na proporção 80/20 molar, partindo de pós preparados pelo método Pechini e misturados por Ultra-turrax, avaliar os aspectos microestruturais, e as propriedades dielétricas e magnetoelétricas das cerâmicas processadas.

MATERIAIS E MÉTODOS

Os pós de PZT, $\text{Pb}(\text{Zr}_{0,53}\text{Ti}_{0,47})\text{O}_3$, e ferrita de níquel, NiFe_2O_4 , foram preparados separadamente pelo método Pechini, conforme descrito nas referências ⁽¹²⁻¹⁴⁾. Depois da síntese foi preparada a mistura homogênea dos pós de PZT e Fe-Ni obtidos pelo método Pechini na proporção 80/20 (80% molar de PZT e 20% molar de Fe-Ni). Isso foi realizado misturando-se as duas fases num meio líquido usando-se um Ultraturax da marca IKA modelo T25. O meio dispersante usado foi o álcool isopropílico.

Os pós foram conformados em pastilhas cilíndricas com um diâmetro de 10 mm por prensagem uniaxial a frio. Posteriormente, para a redução de eventuais gradientes de densidade do processo de conformação por prensagem uniaxial e para a melhor compactação a frio, os corpos cerâmicos foram prensados isostaticamente a 200 MPa.

As amostras conformadas foram submetidas à sinterização em forno de micro-ondas e em forno convencional. A sinterização por micro-ondas (SM) foi realizada com radiação de 2,45 GHz, gerada por um magnetron de 6 kW (Cober Electronics, modelo MS6K). As amostras foram aquecidas a uma taxa de 50 °C/min com um patamar de 15 minutos em atmosfera de ar. Na sinterização convencional (SC), foi utilizada uma taxa de 5°C/min, por 60 min. Neste caso, foi realizado o controle da atmosfera rica em óxido de chumbo; para isso as amostras de PZT foram colocadas em uma lâmina de Al_2O_3 sobre uma camada de pó de PZT (para evitar a reação de PZT com alumina), que foi então coberta com um cadinho Al_2O_3 /mulita rodeado de pó de PZT, com o objetivo de minimizar a volatilização de PbO das amostras. As medidas de densidade aparente (DA) das amostras sinterizadas foram determinadas pelo método de imersão utilizando-se o princípio de Arquimedes (norma ABNT-NBR6620). As caracterizações físicas e microestruturais foram realizadas por

difração de raios X (difratômetro marca SIEMENS, modelo D-5005) e microscopia eletrônica de varredura (PHILIPS, modelo XL-30 FEG). As amostras submetidas à caracterização pelo MEV foram previamente fraturadas, polidas e atacadas quimicamente com uma solução ácida (0,2 mL de HF-40% e 5 mL de HCl-37% em 95 mL de água destilada). O tamanho médio de grão foi determinado com o programa analisador de imagens, Image Proplus, onde os grãos são contornados e depois o programa determina o maior diâmetro de cada grão, e por fim com os dados obtidos foi feita a análise estatística. As amostras foram caracterizadas dielectricamente a partir da medida da resistividade elétrica e da obtenção das curvas de polarização vs. campo elétrico à temperatura ambiente, e também foi realizada a medida do coeficiente de acoplamento magnetoelétrico.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Na figura 1 estão apresentados os resultados da densidade aparente relativa dos corpos de PZT/Fe-Ni, e suas correspondentes micrografias MEV são apresentadas na figura 2. Na sinterização por micro-ondas, pode-se observar um comportamento linear do aumento da densidade em função da temperatura, sendo atingida a máxima densidade na temperatura de sinterização de 1200 °C/15min, que correspondeu a $90,9 \pm 0,9$ %, denominada amostra SM3. Aparentemente, na amostra sinterizada a 1150 °C/15 min, (SM2), os grãos apresentaram tamanho inferior a 1 µm nas duas fases (PZT e Fe-Ni). Nas amostras sinterizadas a 1200 °C/15min, foi possível calcular o tamanho médio de grãos na fase Fe-Ni (cor cinza) obtendo-se um valor de $1,9 \pm 1,0$ µm. Na sinterização convencional, a maior densificação foi atingida na temperatura de 1150 °C/60 min, e taxa de aquecimento de 5 °C/min, a densidade relativa foi de $91,5 \pm 0,3$, e o tamanho meio de grão calculado da fase Fe-Ni foi de $3,6 \pm 1,1$; e para o PZT foi de $0,8 \pm 0,2$ µm, amostra SC2. Para determinar a manutenção das fases PZT e Fe-Ni após sinterização as amostras foram caracterizadas por DRX, e os resultados estão apresentados na figura 3. Nessa figura pode-se observar que tanto na sinterização por micro-ondas como na convencional foi possível determinar ambas as fases até a temperatura de 1150 °C, mas, na sinterização por micro-ondas, além dessas duas fases, foi detectado traços de zircônia, como resultado de uma leve

evaporação de PbO da fase PZT. Este resultado é muito importante, pois a sinterização foi realizada sem controle de atmosfera rica em PbO, que se comparada com uma sinterização convencional na mesma temperatura teríamos praticamente a perda do PbO do material. Por outro lado na temperatura de 1200 °C na amostra sinterizada por micro-ondas a presença da fase zircônia é considerável, o que indica uma maior evaporação de PbO, mas ainda assim, a fase principal que aparece no DRX é a fase PZT, enquanto na sinterização convencional, nessa temperatura, observa-se também picos que correspondem às fases PZT, Fe-Ni e zircônia. O resultado indica que houve também evaporação de PbO, que trouxe como consequência a diminuição da densidade da amostra observado no MEV da figura 2d. Observa-se na figura 1, que a amostra sinterizada em micro-ondas a 1200 °C apresentou aumento na densidade relativa. Observando os MEV das amostras com maior densificação em ambos os tipos de sinterização (SM3 e SC2), pode-se verificar que ambas apresentaram boa distribuição da fase Fe-Ni na fase PZT, o qual infere também que o método de mistura por Ultra-turrax foi bem sucedido.

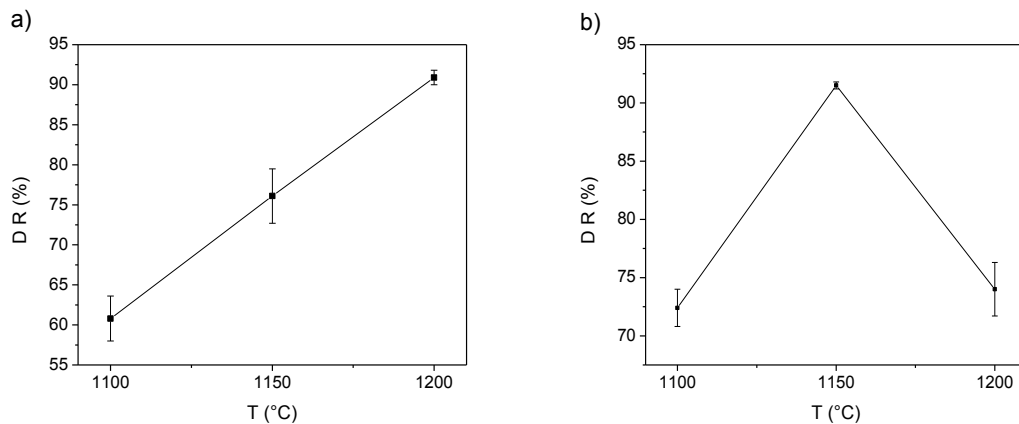


Figura 1. Densidade relativa em função da temperatura de sinterização de amostras de PZT/Fe-Ni sinterizadas por, a) micro-ondas e b) convencionalmente.

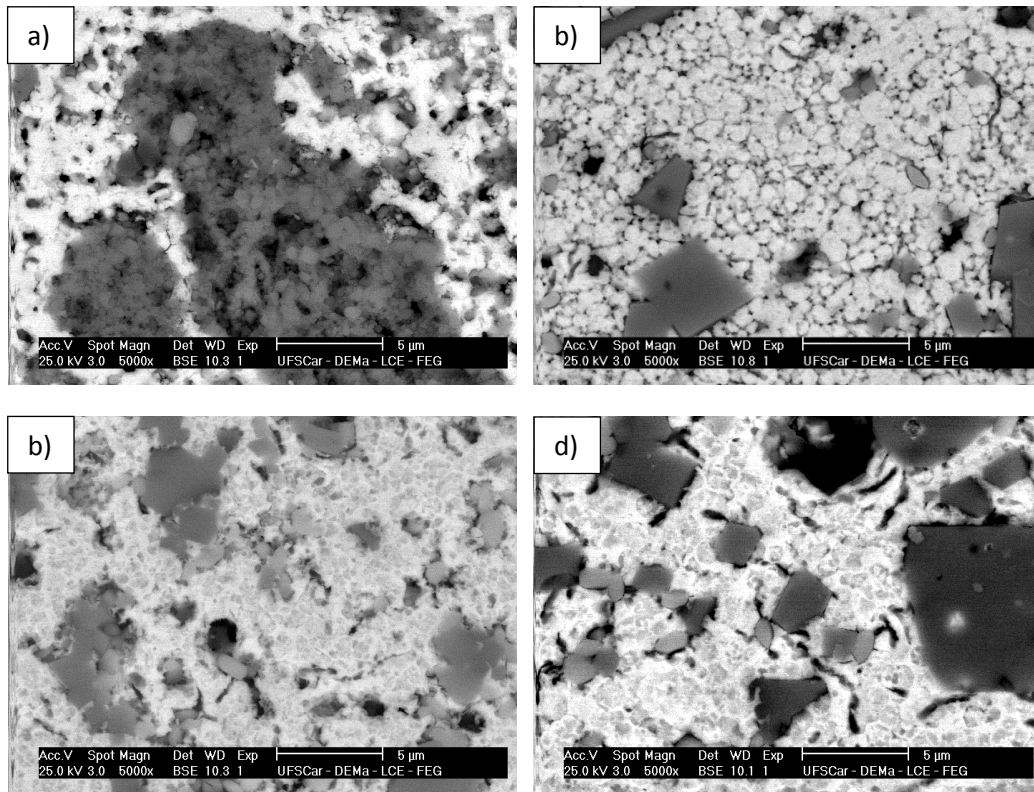


Figura 2. Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura de amostras de PZT sinterizadas por micro-ondas, a) SM2 e b) SM3, e convencionalmente, c) SC2 e d) SC3.

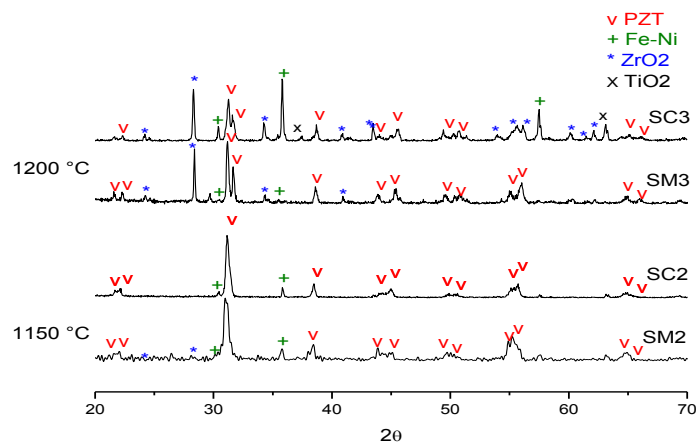


Figura 3. Difratoogramas de raios X das amostras de PZT sinterizadas por micro-ondas e convencionalmente a 1150 e 1200 °C.

As amostras com maior densificação em ambos os casos (SM3 e SC2), foram escolhidas para as caracterizações elétricas e a medida do coeficiente magnetoeletrico. Os valores de resistividade elétrica à temperatura ambiente

das amostras do sistema compósito PZT/Fe-Ni sinterizadas em forno convencional e em forno de micro-ondas, são apresentados na tabela 1. Embora o processamento convencional tenha permitido a obtenção de amostras com valores de resistividade uma ordem de grandeza superior ao observado para a amostra preparada por micro-ondas, em ambos os casos, foi possível aplicar campos elétricos com intensidade alta o suficiente para a análise do ciclo de histerese (figura 4) e para o processo de polarização (ativação da resposta piezoelétrica da fase ferroelétrica de PZT no sistema compósito). A diferença entre os dois casos se dá pelo fato de que amostras menos densas (caso das preparadas por micro-ondas) serem mais condutivas.

Amostra	Sinterização	DR (%)	Resistividade (Ωm)
SM3	SM	90,9 \pm 0,9	6,9 x 10 ⁸
SC2	SC	91,5 \pm 0,3	8,6 x 10 ⁹

Tabela 1. Resistividade elétrica das amostras de PZT e do sistema compósito PZT/Fe-Ni, sinterizadas em forno de micro-ondas (SM) e em forno convencional (SC).

A figura 4 apresenta os ciclos de histerese das amostras do sistema compósito PZT/Fe-Ni, sinterizadas em forno de micro-ondas e em forno convencional, respectivamente. Para o PZT/Fe-Ni sinterizado no forno de micro-ondas, os valores foram de $Pr=0,4 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ e $Ec=7,2 \text{ kV}/\text{cm}$, e, para o sinterizado em forno convencional, foram $Pr=0,8 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ e $Ec=9,8 \text{ kV}/\text{cm}$. Como no caso das amostras de PZT, a sinterização no forno convencional permitiu obter maiores valores de polarização remanente, isso possivelmente devido a que na amostra SC2 foi possível controlar a volatilização do PbO, conservando a fase PZT, e ao mesmo tempo foi obtida uma maior densificação do que no caso da sinterização sinterizada por micro-ondas.

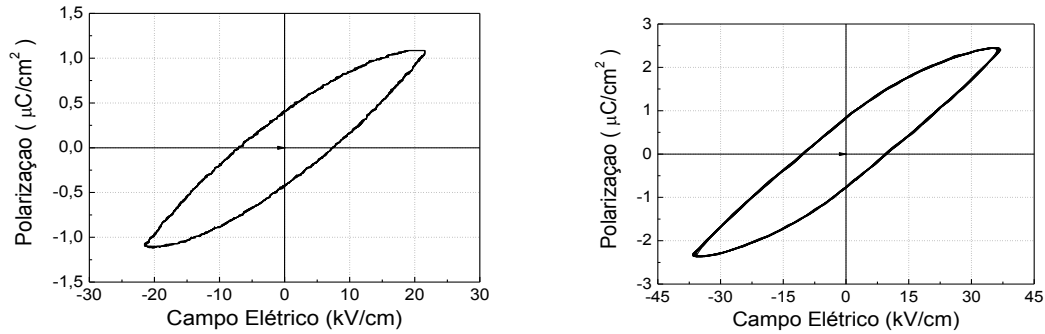


Figura 4. Histerese ferroelétrica do compósito PZT/Fe-Ni sinterizado, (a) em forno de micro-ondas, e (b) em forno convencional.

A figura 5 apresenta resultados da medida do coeficiente magnetoelétrico em função do campo magnético aplicado na temperatura ambiente. Nessa figura pode-se observar que, na amostra sinterizada em forno de micro-ondas, o valor máximo de coeficiente magnetoelétrico, α_{33} , foi de 0,7 mV/cmOe, para um campo magnético de 1050 Oe; já para a amostra sinterizada em forno convencional, α_{33} , foi de 2,2 mV/cmOe, para um campo magnético de 990 Oe. Os resultados são extremamente interessantes, pois abrem excelentes perspectivas para a sinterização de componentes de PZT em micro-ondas, já que ainda assim, o valor obtido na amostra sinterizada por micro-ondas sem atmosfera rica em PbO ter sido um pouco inferior do que na amostra sinterizada convencionalmente, o tempo gasto na sinterização foi de apenas 10 % em relação a sinterização convencional.

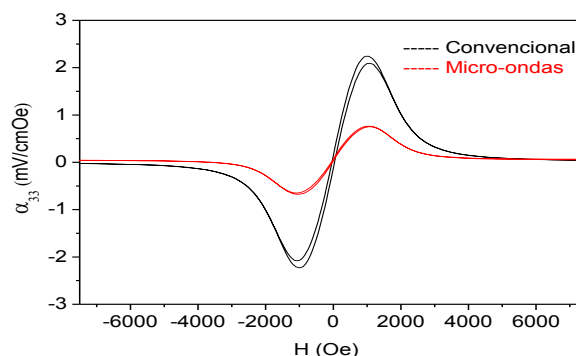


Figura 9. Coeficiente de acoplamento magnetoelétrico do compósito PZT/Fe-Ni sinterizado em forno de micro-ondas e em forno convencional.

CONCLUSÕES

A mistura por Ultraturrax permitiu obter uma boa distribuição da fase Fe-Ni na fase PZT. Os compósitos particulados sinterizados convencionalmente e por micro-ondas apresentaram excelente distribuição da fase Fe-Ni na matriz de PZT. A volatilização do PbO do PZT, sem controle de atmosfera rica em PbO, foi mínima na sinterização por micro-ondas até 1150 °C/15 min e taxa de aquecimento de 50 °C/min. Tanto as amostras sinterizadas em micro-ondas como convencionalmente apresentaram curvas de histerese ferroelétrica e acoplamento magnetoelétrico.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à FAPESP (Proc. n. 2008/04025-0) e a CAPES pela bolsa e financiamento na pesquisa e ao programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos.

REFERÊNCIAS

- (1) MOULSON, A. J.; HERBERT, J. M. *Electroceramics*. 2. ed. Chichester: John Wiley & Sons Ltd, 2003.
- (2) ZABOTTO, F. Síntese e caracterização de compósitos magnetoelétricos particulados de ferritas de Co e Ni e ferroelétricos no CFM. 2010. 137 p. Tese (Doutorado em Física) - Coordenação de Pós-Graduação em Física, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos.
- (3) JAFFE, B.; COOK, W. R.; JAFFE, H. *Piezoelectric Ceramics*, London: Academic Press, 1971.
- (4) ROUQUETTE, J.; HAINES, J.; BORNAND, V.; PINTARD, M., PAPET, P. H.; BOUSQUET, C.; KONCZEWICZ, L.; GORELLI, F. A.; HULL, S. Pressure tuning of the morphotropic phase boundary in piezoelectric lead zirconate titanate. *Phys. Rev. B*, v. 70 (1): p.p. 1-4, 2004.
- (5) LIU, W.; JIANG, B.; ZHU, W. Self-biased dielectric bolometer from epitaxially grown $\text{Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$ and lanthanum-doped $\text{Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$ multilayered thin films. *Appl. Phys. Lett.*, v. 77 (7): p. 1047-1049, 2000.

(6) CHAKRABARTI, N.; MAITI, H. S. Chemical synthesis of PZT powder by auto-combustion of citrate-nitrate gel. *Mater. lett.*, v. 30 (2-3), p. 169-173, 1997.

(7) PRASAD, S.; GAJBHIYE, J. magnetic studies of nanosized nickel ferrite particles synthesized by the citrate precursor technique. *J. All. Comp.* v. 265 (1-2), p. 87-92, 1998.

(8) DOMENICHINI, B.; CAILLOT, T. Sintering of Fe_2NiO_4 with an internal binder: a way to obtain a very dense material. *Acta Mat.* v. 51(16), p. 4815-4821, 2003.

(9) XU, G.; REN, Z.; WENG, W.; DU, P.; HAN, G. Synthesis of perovskite $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ (PZT) powders by a modified coprecipitation method. *Key Engening Mat.* v. 280-283, p. 627-630, 2007.

(10) MAAZ, K.; KARIM, S.; MUMTAZ, A.; HASANAIN, S. K.; LIU, J.; DUAN, L. Synthesis and magnetic characterization of nickel ferrite nanoparticles prepared by co-precipitation route. *J. Mag. Mag. Mat.* v. 321 (12), p. 1838-1842, 2009.

(11) QIU, S.; GAO, C.; ZHENG, X.; CHEN, J.; YANG, C.; GAN, X.; FAN, H. $\text{Pb}(\text{Zr}_{0.95}\text{Ti}_{0.05})\text{O}_3$ powders prepared by aqueous Pechini method using one-step pyrolysis process: characterization and porous ceramics. *J. Mater. Sci.*, v. 43, p.p. 3094, 2008.

(12) Muñoz_Hoyos, J. R.; Zabotto, F. L.; Garcia, D.; Kiminami R. H. G. A. Sinterização por micro-ondas de ferrita de níquel sintetizada por Pechini. *Cerâmica*, v. 59 (351), p. 360-365, 2013.

(13) Muñoz_Hoyos, J. R. Síntese, sinterização em forno de micro-ondas e caracterização da Fe-Ni, PZT e do sistema multifuncional magnetoelétrico PZT/Fe-Ni. 2012. 137 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - PPGCEM, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos.

(14) Muñoz_Hoyos, J. R.; Zabotto, F. L.; Garcia, D.; Kiminami R. H. G. A. Microwave sintering of PZT ceramics. *Mat. Res.*, 2014 (submetido).

(15) Mu, G.; Yang, S.; Li, J.; Gu, M. Synthesis of PZT nanocrystalline powder by a modified sol-gel process using water as primary solvent source. *J. of Mater. Process. Technol.*, v. 182, p. 382, 2007.

(16) Pechini M. P. "Barium Titanium Citrate, barium titanate and processes for producing same", U.S: Patent, 3, 231, pp. 218, January 25, 1966.

(17) Kingon, A. I.; Clark, J.B. Sintering of PZT Ceramics: I. Atmosphere Control. *J. Am. Ceram. Soc.*, v. 66, p. 253, 1983.

(18) Snow, G. S. Fabrication of Transparent Electrooptic PLZT Ceramics by Atmosphere Sintering. *J. Am. Ceram. Soc.*, v. 56, p. 91, 1973.

(19) Snow, G. S. Elimination of Porosity in $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$ Ceramics by Liquid-Phase Sintering. *J. Am. Ceram. Soc.*, v. 57, p. 272, 1974.

(20) Sherohman J. W. "A Liquid Phase Densification Technique for the Lead Zirconate Titanate System"; Ph D Thesis, University of California, Berkeley, 1975.

(21) Souto, P. M.; Menezes, R. R.; Kiminami R. H. G. A. Sintering of commercial mulite powder: Effect of MgO dopant. *J. Mater. Process. Technol.*, v. 209, p. 548, 2009.

(22) Menezes, R. R.; Souto, P. M.; Kiminami, R. H. G. A. Sinterização de cerâmicas em microondas. Parte I: Aspectos fundamentais. *Cerâmica*, v. 53, p. 1, 2007.

(23) Menezes, R. R.; Souto, P. M.; Kiminami R. H. G. A. Microwave Fast Sintering of Ceramic Materials in Sintering of Ceramics – New Emerging Techniques, In Tech, p.3, 2012.

(24) Metaxas, A. C.; Binner, J. G. P. In *Advanced Ceramic Processing Technology*, ed. J. G. P. Binner. Noyes Publications. New Jersey, USA, p. 285, 1990.

(25) Janney, M. A.; Kimeey H. D. *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.*, v. 189, ed. W. B. Snyder, Jr, W. H. Sutton, M. F. Iskander and D. L. Johnson. Materials Research Society, Pittsburgh, PA, p. 215, 1991.

(26) Sheppard, L. M. Manufacturing ceramics with microwaves: the potential for economic production. *Amer. Ceram. Soc. Bull*, v. 67 (10), p. 1656-1661, 1988.

(27) Katz, J. D.; Blake, R. D. Microwave sintering of multiple alumina and composite components. *Amer. Ceram. Soc. Bull*, v. 70 (8), p. 1304-1308, 1991.

MICROWAVE SINTERING OF PZT/Fe-Ni MAGNETOELECTRIC PARTICULATE COMPOSITES

ABSTRACT

This study involved the microwave sintering of a PZT/Fe-Ni particulate composite. To this end, PZT and Fe-Ni powders were prepared separately by the Pechini method and then mixed in an Ultra-Turrax mixer. Samples of this material were microwave and conventionally sintered at temperatures of 1100 to 1200°C. The sintered samples were characterized by X-ray diffraction, scanning electron microscopy, determination of bulk density, ferroelectric hysteresis curves, and measurement of the magnetoelectric coupling coefficient. The microwave sintered PZT/Fe-Ni showed an apparent density of 90.9%, which was close to the 91.5% obtained by conventional sintering. The magnetoelectric coupling coefficient of the microwave-sintered sample was found to be 0.7 mV/cmOe, while that of the conventionally sintered sample was 2.2 mV/cmOe.

Keywords: Sintering, Micro-wave, Pechini Method, PZT, Fe-Ni.