

## “Preparação de partículas nanométricas amorfas de $Zn_7Sb_2O_{12}$ .”

Paulo A. R. Pereira\* (IC), Alan R. F. Lima (IC), Cibely S. Martin (IC), Sylvania Lanfredi (PQ), Marcos A. L. Nobre (PQ).

\*paulo.raymundo@uol.com.br

Laboratório de Compósitos e Cerâmicas Funcionais – Departamento de Física, Química e Biologia – Faculdade de Ciências e Tecnologia de Presidente Prudente (FCT/UNESP) – Rua Roberto Simonsen, 305 – CP 467 CEP 19060900.

Palavras Chave:  $Zn_7Sb_2O_{12}$ , Pechini, DRX, BET.

### Introdução

Fases cerâmicas com estequiometria similar a  $Zn_7Sb_2O_{12}$  desenvolvem-se em varistores à base de ZnO, os quais são dispositivos electrocerâmicos multicomponentes, que exibem uma elevada não-linearidade na sua curva tensão-corrente<sup>[1]</sup>. Os pós foram sintetizados através de síntese química, baseando-se no método Pechini<sup>[2]</sup>.

Pós obtidos a partir da calcinação do precursor foram caracterizados por difratometria de raios-X. A área de superfície específica foi medida através do método de adsorção de gases. A teoria BET é utilizada na análise dos resultados. O tamanho de partícula ou diâmetro esférico equivalente foi calculado através da equação:

$$S_{BET} = 6 / \rho \cdot D \quad \text{Equação (1)}$$

onde  $S_{esp}$  é a área superfície,  $\rho$  a densidade teórica ( $6,0 \text{ g/cm}^3$ ) e  $D$  o diâmetro esférico equivalente.

### Resultados e Discussão

A Figura 2 mostra os difratogramas do pó precursor da fase  $Zn_7Sb_2O_{12}$  calcinado a 520, 720, 920 e 1020 °C, por 1 hora. A 520 °C, pode ser identificada uma linha de difração mostrando pouca intensidade. Com o aumento da temperatura de calcinação a cristalinidade aumenta a partir de um estado amorfo.

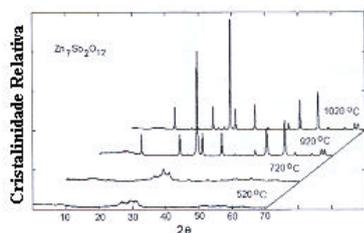


Figura 1: Difratogramas do pó precursor da fase  $Zn_7Sb_2O_{12}$  calcinado a 520, 720, 920 e 1020 °C, por 1 hora.

A Figura 2 mostra as isotermas de adsorção-desorção do pó precursor calcinado a 520, 720, 920 e 1020 °C. Em todas as fases analisadas as curvas de histerese de adsorção-desorção indicam a presença

de mesoporos, bem como a diminuição dos mesmos com o aumento da temperatura de calcinação.

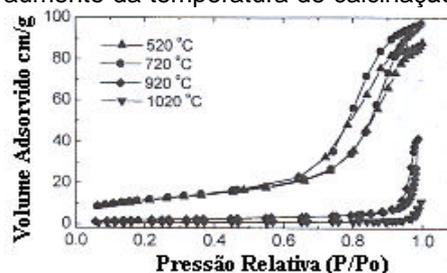


Figura 2: Isotermas de adsorção-desorção do pó precursor da fase  $Zn_7Sb_2O_{12}$  calcinado a 520, 720, 920 e 1020 °C.

A Tabela 1 mostra área de superfície e cristalinidade como uma função da temperatura de calcinação do pó precursor  $Zn_7Sb_2O_{12}$ . A  $S_{BET}$  mostra grande dependência da temperatura de calcinação, observado no decréscimo na área de superfície de 43 a  $2 \text{ m}^2/\text{g}$  e a cristalinidade aumenta cerca de 100%<sup>[3]</sup>.

Tabela 1: Área de superfície ( $S_{BET}$ ), volume do poro ( $V_p$ ), e tamanho de partícula ( $D$ ) do precursor  $Zn_7Sb_2O_{12}$  calcinado as respectivas temperaturas durante 1 hora.

T (°C)	Área de Superfície ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	Volume de Poro ( $\text{cm}^3/\text{g}$ )	Tamanho de Partícula (nm)
520	$41,76 \pm 0,12$	0,13	23
720	$43,65 \pm 0,11$	0,15	22
920	$7,81 \pm 0,04$	0,06	123
1020	$2,44 \pm 0,04$	0,01	393

### Conclusões

Pó,  $Zn_7Sb_2O_{12}$ , nanométrico foi sintetizado pelo método dos precursores poliméricos. O grau de cristalinidade pode ser controlado através da temperatura de calcinação. A diminuição de área de superfície, de cerca de 20 vezes no intervalo de temperatura de 300 °C (720-1020 °C) sugere intenso transporte de massa.

### Agradecimentos

FAPESP, CNPq, CAPES e FINEP.

[1] Nobre, M.A.L. *Dissertação de Mestrado*, Universidade Federal de São Carlos, Brasil, 1995.

[2] Pechini, M. P. – US Patent 3.330.697, 11 July 1967.

[3] Nobre, M.A.L.; Lanfredi, S.; *Journal of Applied Physics*, **2003**, 93, 5576-5581.