

Caracterização Estrutural do Óxido Niobato de Estrôncio e Estanho, dopado com Ferro da Família Tetragonal Tungstênio Bronze

Cláudio Mikaro(IC)*, Alan R. F. Lima(IC), Marcos A. L. Nobre (PQ) Sylvania Lanfredi(PQ)

Laboratório de Compósitos e Cerâmicas Funcionais – LaCCeF, Departamento de Física, Química e Biologia – DFQB, Faculdade de Ciências e Tecnologia – FCT, Universidade Estadual Paulista R. Roberto Simonsen 305, C. P. 467, Presidente Prudente, SP 19060-900

*cmikaro@yahoo.com.br

Palavras Chave: $Sr_3FeSnNb_3O_{(15-\delta)}$, difração de raios X.

Introdução

Materiais óxidos de estrutura tipo tetragonal tungstênio bronze (TTB) apresentam importantes aplicações como promissores materiais ferroelétricos. A investigação dos fenômenos estruturais conduz à compreensão de suas propriedades¹. Neste trabalho foi investigada a preparação e a caracterização estrutural do $Sr_3FeSnNb_3O_{(15-\delta)}$ (SSNFe) de estrutura TTB.

Resultados e Discussão

O SSNFe foi preparado por moagem de alta eficiência. Os reagentes de partida utilizados foram $Nb_2O_5 \cdot nH_2O$ (CBMM), $SrCO_3$, Fe_2O_3 e SnO_2 em moinho de alta energia tipo atritor, operando a 1200 rpm durante cinco horas. Pó monofásico de $Sr_3FeSnNb_3O_{(15-\delta)}$ foi obtido após calcinação do pó precursor a 1200°C durante 10 horas², em atmosfera de O_2 . Os parâmetros estruturais foram determinados utilizando-se o método de Rietveld, empregando o programa Fullprof³. A difração de raio X mostrou a presença de uma única fase associada ao $Sr_3SnNb_4O_{15}$ (SSN), identificado pela ficha JCPDS: 49-0539. A Figura 1 mostra o difratograma de raios X da fase $Sr_3FeSnNb_3O_{(15-\delta)}$ e a ficha JCPDS: 49-0539.

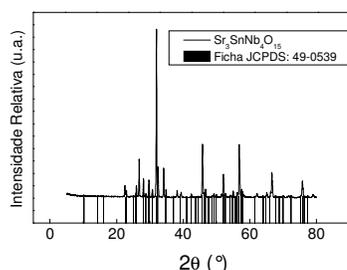


Figura 1 – DRX do $Sr_3FeSnNb_3O_{(15-\delta)}$.

Os parâmetros de rede obtidos a partir do refinamento para o SSNFe foram: $a = 17,5899$ (2) Å, $b = 17,512$ (3) Å, $c = 7,7908$ (6) Å e $V = 2.399,8$ (2) Å³. Esses valores apresentaram-se maiores, quando comparados com o SSN, sem adição de ferro: $a = 17,579$ Å, $b = 17,509$ Å e $c = 7,788$ Å, $V = 2.397,1$ Å³. Os valores dos índices R_{Bragg} , R_F , cR_p e cR_{wp} , obtidos no refinamento são mostrados na Tabela I.

31ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

O índice cR_{wp} é definido como $R_{wp} = \left\{ \frac{\sum w_i (Y_o^i - Y_c^i)^2}{\sum w_i Y_o^i} \right\}^{1/2}$, onde Y_o^i e Y_c^i são as intensidades observadas e calculadas, respectivamente e w_i o peso atribuído para cada intensidade. O índice cR_p indica o acordo entre a estrutura modelo adotada e a estrutura real, o qual é representado pela equação $R_p = \sum |Y_o^i - Y_c^i| / \sum Y_o^i$.

Apesar do SSNFe ser uma estrutura complexa, com elevado número de parâmetros independentes utilizados no refinamento, 137 parâmetros, os principais fatores, para os altos índices de refinamento obtidos, podem estar relacionados a fatores como radiação de fundo, absorção, orientação preferencial, efeitos do tamanho de cristalito, microdeformações. Avanços na otimização do refinamento têm sido gradualmente obtidos, em função da correção desses parâmetros.

Tabela I. Dados do refinamento

Índices de Refinamento	
Programa	FullProf
Função para nível de fundo	Polinomial-ordem 5
Função para formato de pico	Pseudo-Voigt
$(H^2 = U \tan^2\theta + V \tan\theta + W)$	
U	4,19858
V	-1,60681
W	0,61981
R_{Bragg} (%)	4,12
R_F (%)	2,10
cR_p (%)	48
cR_{wp} (%)	77

Conclusões

Pós monofásicos e cristalinos de SSNFe foram obtidos pelo método de moagem de alta eficiência. A adição de ferro na fase $Sr_3SnNb_4O_{15}$ mostrou um aumento dos parâmetros de rede. Esta mudança nos parâmetros estruturais deve ser considerada com base na ocupação de sítios específicos.

Agradecimentos

À FAPESP, CNPq, CBMM - Brasil

¹T. Ikeda.; T. Haragushi, Y. Onodera, T. Saito., *J. Appl. Phys.*, **1971**, 10, 987.

² Lanfredi, S.; Cardoso, C. X.; Nobre, M. A. L., *Mat. Sci. Eng.*, **2004**, 112, 139.

³ J. R. Carvagal; *An introduction to the program Fullprof 2000*, **2001**, FRANCE.