

Caracterização estrutural da solução sólida de $\text{KSr}_2\text{NiNb}_4\text{O}_{(15-\delta)}$ pelo método de Rietveld

Samara de Araújo Dantas (IC)*, Leandra Oliveira Salmazo (IC), Marcos Augusto de Lima 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 – UNESP - C.P. 467, CEP: 19060-900, Presidente Prudente – SP.

*samara_dadantas@yahoo.com.br

Palavras Chave: $\text{KSr}_2\text{NiNb}_4\text{O}_{15}$, Difração de raios X.

Introdução

Materiais cerâmicos com estrutura tipo Tetragonal Tungstênio Bronze (TTB), assim como os materiais com estrutura perovskita, possuem alta constante dielétrica, alta polarização e propriedades piezoelétricas¹. Estas propriedades tornam estes óxidos ferroelétricos, materiais de grande interesse tecnológico, em particular em áreas de constante expansão, como a comunicação digital de base móvel ou fixa. Neste trabalho foi investigada a preparação da solução sólida de niobato de estrôncio e potássio dopado com níquel ($\text{KSr}_2\text{NiNb}_4\text{O}_{(15-\delta)}$), de estrutura TTB, utilizando-se o método de moagem de alta eficiência.

Resultados e Discussão

O pó precursor do $\text{KSr}_2\text{NiNb}_4\text{O}_{(15-\delta)}$ foi preparado por moagem de alta eficiência². Os reagentes de partida utilizados foram: carbonato de potássio (K_2CO_3), carbonato de estrôncio (SrCO_3), óxido de nióbio hidratado ($\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) e óxido de níquel (Ni_2O_3). A proporção entre Nb:Ni de foi de 4:1. O processo de moagem dos reagentes foi realizado em um moinho tipo atritor da marca NETZSCH. A velocidade de rotação utilizada foi de 1200 rpm durante 5 horas. O pó precursor de $\text{KSr}_2\text{NiNb}_4\text{O}_{(15-\delta)}$ foi calcinado a 1150 °C por 10 horas, em atmosfera de oxigênio. A caracterização estrutural foi realizada por difração de raios X, sendo os parâmetros estruturais determinados pelo método de Rietveld, utilizando-se o programa Fullprof³.

O pó de $\text{KSr}_2\text{NiNb}_4\text{O}_{(15-\delta)}$, caracterizado por difração de raios X, mostrou-se monofásico, sendo identificado pela ficha JCPDS: 34-0108 com simetria tetragonal. A partir dos difratogramas foram determinados os parâmetros de rede, utilizando-se o método de Rietveld. O refinamento do perfil dos difratogramas foi realizado considerando o grupo espacial P4bm (100).

A Figura 1 mostra o difratograma experimental e o calculado para o sistema $\text{KSr}_2\text{NiNb}_4\text{O}_{(15-\delta)}$. Sobre o difratograma estão representadas a curva que foi obtida por difração de raios X (curva com pontos) e a curva derivada (linhas contínuas). A curva residual e as posições dos picos (marcada por barras) são mostradas abaixo.

Os parâmetros de rede derivados para o $\text{KSr}_2\text{NiNb}_4\text{O}_{(15-\delta)}$ foram: $a = 12,466 \text{ \AA}$, $c = 3,939 \text{ \AA}$ e o volume $V_{\text{cél.}} = 612,12 \text{ \AA}^3$.

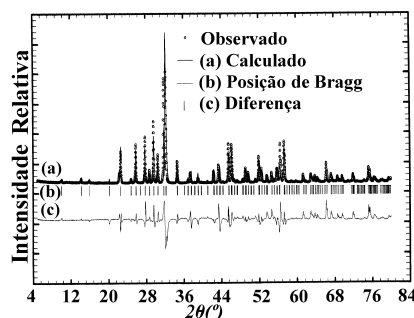


Figura 1. Difratogramas de raios X experimental e calculado do $\text{KSr}_2\text{NiNb}_4\text{O}_{(15-\delta)}$.

Uma certa discordância entre o difratograma experimental e o calculado pode ser identificada. Apesar do $\text{KSr}_2\text{NiNb}_4\text{O}_{(15-\delta)}$ ser uma estrutura complexa, os principais fatores responsáveis por essa discordância podem estar relacionados com a radiação de fundo, absorção, orientação preferencial, efeitos do tamanho de cristalito, microdeformações. Avanços na otimização do refinamento têm sido obtidos, em função da correção desses parâmetros.

Conclusões

Pós nanométricos e monofásicos de $\text{KSr}_2\text{NiNb}_4\text{O}_{(15-\delta)}$ foram obtidos pelo método de moagem de alta eficiência. O refinamento do perfil dos difratogramas mostrou que o sistema $\text{KSr}_2\text{NiNb}_4\text{O}_{(15-\delta)}$, com estrutura tetragonal tungstênio bronze, possui grupo de simetria compatível com P4bm (100).

Agradecimentos

CNPq, FAPESP, CBMM

¹ Karaki, T.; Miyashita, K.; Nakatsuji, M.; Adachi, M.; *Jpn. J. Appl. Phys.* **1998**, 37, 5277.

² Lanfredi, S.; Trindade, L. R.; Barros, A. R.; Feitosa, N. R.; Nobre, M. A. L.; *Cerâmica* **2005**, 51, 151.

³ Carvajal, J. R., An introduction to the program FullProf 2000, *Laboratoire Léon Brillouin (CEA-CNRS) CEA/Saclay, (version July 2001)*, 91191 Gif sur Yvette Cedex, FRANCE.