

Caracterização Estrutural de Nanopós de Óxidos Policátions da família Tetragonal Tungstênio Bronze (TTB)

Andréia A. Portugal (IC) *, Cláudio Mikaro (IC), Alan R. F. Lima (IC), Marcos A. L. Nobre (PQ), Silvana 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

*deia_portugal@hotmail.com

Palavras Chave: Método de Rietveld, $\text{Sr}_3\text{SnNb}_4\text{O}_{15}$

Introdução

Nos últimos anos, niobatos com estrutura tetragonal tungstênio bronze (TTB) como o $\text{Sr}_3\text{SnNb}_4\text{O}_{15}$ tem demonstrado interesse, principalmente pela alta anisotropia da estrutura cristalina. A obtenção e aplicação destes materiais estão diretamente relacionadas ao conhecimento dos métodos de preparação¹. Neste trabalho foi investigado a caracterização estrutural e a evolução do tamanho de cristalito, em função do tempo de tratamento térmico, para óxido niobato de estrôncio e estanho $\text{Sr}_3\text{SnNb}_4\text{O}_{15}$.

Resultados e Discussão

O $\text{Sr}_3\text{SnNb}_4\text{O}_{15}$ foi preparado pelo método dos percursos poliméricos modificados (Pechini). Os reagentes de partida utilizados na síntese do pó precursor da fase $\text{Sr}_3\text{SnNb}_4\text{O}_{15}$ foram: carbonato de estrôncio (SrCO_3), óxido de estanho (SnO_2) e sal complexo de nióbio ($\text{NH}_4\text{H}_2[\text{NbO}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]\cdot 3\text{H}_2\text{O}$). Os parâmetros estruturais dos pós monofásicos de $\text{Sr}_3\text{SnNb}_4\text{O}_{15}$ foram determinados utilizando-se o método de Rietveld, empregando-se o programa Fullprof². A difração de raios X foi indexada com base na unidade de célula tetragonal. O refinamento foi realizado considerando o grupo espacial Cmm2.

Os parâmetros de rede calculados pelo método de Rietveld para o $\text{Sr}_3\text{SnNb}_4\text{O}_{15}$ foram: $a = 17,5450 \text{ \AA}$, $b = 17,3986 \text{ \AA}$, $c = 7,7526 \text{ \AA}$ e o volume $V = 2.366,5232 \text{ \AA}^3$. A Figura 1 mostra a representação esquemática da estrutura do $\text{Sr}_3\text{SnNb}_4\text{O}_{15}$, onde A, B e C representam os sítios pentagonais, tetraedrais e trigonais, respectivamente.

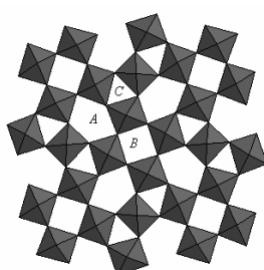


Figura 1 – Representação esquemática da estrutura tetragonal tungstênio bronze (TTB).

O tamanho de cristalito para o $\text{Sr}_3\text{SnNb}_4\text{O}_{15}$ foi determinado utilizando-se a equação de Scherrer:

$$b = \frac{k \cdot I}{D \cdot \cos q} \quad (1)$$

onde β é o alargamento do pico de difração a meia altura, k é uma constante que depende da simetria de reflexão, D é o tamanho de cristalito, q é o ângulo de difração e λ é o comprimento dos raios X monocromático (1,54060 Å). A Tabela 1 mostra os valores de tamanho de cristalito obtidos a partir da equação de Scherrer, em função do tratamento térmico, para o composto $\text{Sr}_3\text{SnNb}_4\text{O}_{15}$.

Tabela 1 – Valores de tamanho de cristalito obtidos para a fase $\text{Sr}_3\text{SnNb}_4\text{O}_{15}$.

Fase	Tempo (h)	Tamanho de cristalito (nm)
$\text{Sr}_3\text{SnNb}_4\text{O}_{15}$	0,5	5,55
$\text{Sr}_3\text{SnNb}_4\text{O}_{15}$	1	5,86
$\text{Sr}_3\text{SnNb}_4\text{O}_{15}$	2	8,73
$\text{Sr}_3\text{SnNb}_4\text{O}_{15}$	4	9,34
$\text{Sr}_3\text{SnNb}_4\text{O}_{15}$	8	13,03
$\text{Sr}_3\text{SnNb}_4\text{O}_{15}$	10	13,57

Nota-se um aumento do tamanho de cristalito com o tratamento térmico. Esse aumento pode ser atribuído à supressão da deformação de rede³, bem como ao aumento da cristalinidade relativa, com a diminuição do grau de microdeformação na estrutura do $\text{Sr}_3\text{SnNb}_4\text{O}_{15}$.

Conclusões

Nanopós de $\text{Sr}_3\text{SnNb}_4\text{O}_{15}$ foram obtidos pelo método dos precursores poliméricos. O refinamento, pelo o método de Rietveld, mostrou que o $\text{Sr}_3\text{SnNb}_4\text{O}_{15}$ possui estrutura cristalográfica compatível com o grupo Cmm2 de simetria ortorrômbica. Tempos maiores de tratamento térmico promove um aumento na estabilidade estrutural do $\text{Sr}_3\text{SnNb}_4\text{O}_{15}$.

Agradecimentos

FAPESP, CNPq, CBMM

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

¹ Lanfredi S.; Trindade, L. R.; Barros, A. R.; Feitosa, N. R. e Nobre, M. A. L. *Cerâmica*. **2005**, 51 , 151.

² J. R. Carvalho; *An introduction to the program Fullprof 2000, 2001,*

FRANCE.

³ S. Domingues, T. J. Pereira, A. O. Florentino, A. A. Cavalheiro e M. J. Saeki. *Cerâmica*. **2007**, 53, 208.