

Análise Microestrutural do Óxido de Zinco por Difração de Raio X

Bárbara de O. Ruas (IC)¹, Glaucio F. Braga (PQ)¹, *José Márcio Siqueira Jr. (PQ)¹

jmsiqueirajunior@id.uff.br

Universidade Federal Fluminense, Instituto de Química- DQI, Niterói – RJ, 24020-141

Palavras Chave: ZnO, Refinamento Rietveld; Willansom-Hall

Abstract

Microstructural Analysis of Zinc Oxide by X-Ray Diffraction.

This work aims the microstructural study of ZnO by X-ray diffraction and Williamson-Hall method.

Introdução

O óxido de Zinco é um semicondutor do tipo II-VI de banda larga, com *band gap* da ordem de 3,4 eV em temperatura ambiente. A maior parte usada comercialmente é produzida sinteticamente. Esse óxido se apresenta em três estruturas: a wurtzita, blenda e sal de rocha. A forma wurtzita é a mais comum, por ser mais estável, apresentando estrutura hexagonal.⁽¹⁾

Este trabalho tem como objetivo o estudo de óxido de zinco obtido pela decomposição térmica de seu hidróxido produzido a partir de solução aquosa de acetato de zinco, amido e amônia 3 Mol/L. O sólido branco produzido foi isolado por filtração, seco à temperatura ambiente e posteriormente aquecido em forno mufla a 200°C por 2 horas e caracterizado por difração de raio X (DRX) em um difratômetro Bruker AXS D8 Advanced na configuração Bragg-Brentano θ/θ com anodo de cobalto ($\text{CoK}\alpha$ $\lambda=1,79026\text{\AA}$). Os padrões de difração foram coletados em uma geometria plana, com passos de 0,02 graus e tempo de acumulação de 1 segundo por passo, utilizando um detector PSD (Modelo Bruker AXS LYNE X EYE). Os dados de DRX foram refinados seguindo o método de Rietveld e usando o *software* GSASII⁽²⁾ a partir dos dados iniciais ICSD#34477 e do padrão Y_2O_3 para descontar os efeitos de alargamento instrumental.

Resultados e Discussão

O resultado do refinamento Rietveld da amostra aquecida a 200°C por 2 horas é mostrado na **Figura 1**, indicando a obtenção de uma única fase que é indexada como a fase wurtzita hexagonal do ZnO grupo espacial $P63mc$ (nº 186). Os dados do refinamento foram: $a=b=3,248456 \pm 0,000260$ Å; $c=5,203633 \pm 0,000195$ Å, $R_{wp}=5,77\%$, $R^2=1,39\%$.

A partir dos dados de saída do refinamento Rietveld, elaborou-se uma planilha com valores de largura à meia altura, posição do pico em 2θ , e obtivemos o gráfico Williamson-Hall (W-H) e assim determinamos o valor da microdeformação para as várias famílias de planos cristalográficos (h k l) e o tamanho médio

do cristalito, seguindo a metodologia descrita por Gonçalves et al ⁽³⁾.

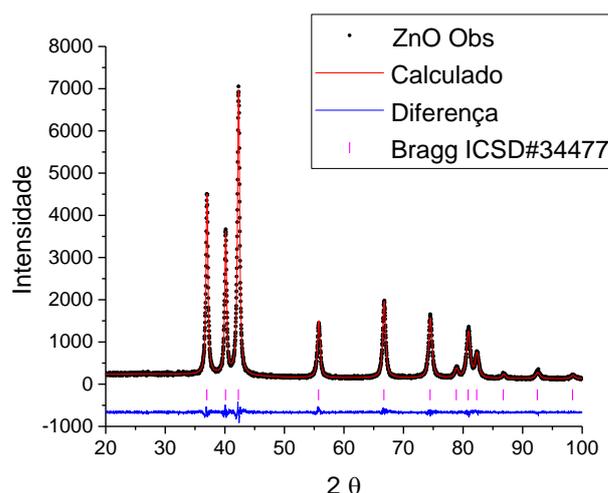


Figura 1: Gráfico Rietveld do ZnO aquecido a 200°C/2h

A partir do gráfico W-H obteve o valor do tamanho do cristalito da ordem de 48,0 nm e uma micro deformação de 0,0140. Esse valor é 140 vezes maior do que a do Si (0,01%) que é considerado isento de micro deformação.

O tamanho médio do cristalito obtido pela equação de Scherrer está na faixa entre 5 - 9 nm. Isso mostra que quando a largura à meia altura do pico não é corrigida pelo alargamento decorrente da micro deformação, temos um resultado muito diferente daquele obtido a partir da correção e que a partir da correção o resultado é mais próximo ao obtido pelo gráfico W-H.

Conclusões

Os resultados indicam que tanto o tamanho do cristalito quanto à micro deformação são os responsáveis pelo alargamento do pico de difração. Assim atribuir esse alargamento somente à diminuição de tamanho do cristalito pode incorrer em erros de estimativa de tamanho de cristalito.

Agradecimentos

LDRX – UFF, FAPERJ

¹ Escudeiro, R.e Escamilla, R., J. Solid State Communication. **2011**, *151*, 97.

² Toby B.H.; Von Dreele R.B., J. Appl. Cryst. **2013**, *46*, 544-549.

³ Gonçalves, N.S., Carvalho, J.A.; Lima Z.M.; Sasaki J.M., J. Materials Letters. **2012**, *72*, 36.