

104-270

CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL DAS FASES ZnO E ZnCo2O4 VIA MÉTODO DE RIETVELD

Torres, E.T.S.(1); Costa, E.L.(1); Da Silva, A.S.B.(1); Rebelo, Q.H.(1);

Universidade Federal do Oeste do Pará(1); Universidade Federal do Oeste do Pará(2); Universidade Federal do Oeste do Pará(3); Universidade Federal do Oeste do Pará(4);

Nanopartículas de óxido de zinco (ZnO) são empregadas há muitos anos na indústria cosmética, por serem amplamente utilizadas como agentes atenuantes da radiação ultravioleta, também é conhecido como emissor de luz verde, possuindo um alto gap direto na temperatura ambiente, o que o torna um material lucrativo e apropriado para dispositivos opto-eletrônicos na região entre o azul e o ultravioleta. É um importante semiconductor intrínseco de “gap” direto de 3.37eV, possui alta energia de ligação excitônica (60 meV), elevada atividade óptica e luminescente. Além das propriedades eletrônicas e estruturais, as propriedades mecânicas de rigidez, dureza, piezoeletricidade e rendimento de força. O presente trabalho tem por objetivo o estudo das propriedades estruturais do ZnO via síntese sol gel proteico com o uso de gelatina e colágeno hidrolisado investigadas por difração de raios X (DRX) combinado com refinamento de Rietveld. Há um crescente interesse pelo processo de extração do colágeno e seus derivados devido a tendência de utilização desta proteína em substituição aos agentes sintéticos nos mais diversos processos industriais, o que permite uma maior valorização dos subprodutos e também contribui para uma produção mais limpa e sustentável. Várias rotas para síntese de nanopartículas vem sendo exploradas de forma que o material venha apresentar boa estabilidade química contra oxidação. O método de sol gel proteico é uma rota bastante interessante para preparação de óxidos. O uso da gelatina como biopolímero é devido sua propriedade de geleificação próxima de 35 oC, onde a mesma encontra-se dissolvida. Com o uso da gelatina e ZnCl₂.6H₂O na síntese de sol-gel proteico foram sintetizadas duas amostras em temperaturas de 400 oC e 800 oC. O difratograma da amostra calcinada a 800 oC foi ZnO de acordo com o cartão (ICSD #82029) e através do método de refinamento Rietveld constatou-se $a = b = 3.25410 \text{ \AA}$, $c = 5.210832 \text{ \AA}$ e $V = 47.786 \text{ \AA}^3$ em concordância com o cartão. Os tamanhos médios de cristalitos calculados através da equação do GSAS, equação de Scherrer e equação de W-H foram 93,1 nm, 60,0 nm e 60,2 nm. Os resultados de microdeformação encontrado pelo GSAS e por W-H foram 0.2 % e 0.011 %, respectivamente. Através de micrografias MEV foi possível estimar os tamanhos de médios de cristalitos para a amostra calcinada a 800 oC em torno de 100 nm aproximadamente, valor bem próximo ao encontrado pela equação do GSAS. Com o uso do colágeno hidrolisado e sais de Zn(NO₃)₂ e Co(NO₃)₂ por síntese de sol-gel proteico foram sintetizadas duas amostras a temperaturas de 550 oC e 750 oC. O difratograma da amostra calcinada a 550 oC apresentou duas fases que foram quantificadas através de refinamento Rietveld no GSAS, onde constatou-se que 4% é SiO₂ contra 96% de ZnCo₂O₄. Os parâmetros de rede para a SiO₂ e ZnCo₂O₄ obtidos do refinamento foram: $a = b = c = 8.144239 \text{ \AA}$ e $a = b = c = 5.401281 \text{ \AA}$, respectivamente. Os tamanhos médios de cristalitos foram calculados usando equações de Scherrer e GSAS e comparados entre si. Pela equação do GSAS, através do método de refinamento Rietveld, ZnCo₂O₄ = 48,5 nm e SiO₂ = 356,58 nm, com o uso da equação de Scherrer ZnCo₂O₄ = 42,8 nm e SiO₂ = 64.84 nm. O difratograma da amostra calcinada a 750 °C apresentou uma única fase cúbica centrada ZnCo₂O₄ de acordo com o cartão (ICSD #73758). Através do refinamento de Rietveld via GSAS, foram calculados os valores referentes aos parâmetros de rede, tamanho médio de cristalito e microdeformação. Os parâmetros de rede e volume de célula unitária apresentaram valor de $a = b = c = 8.099399 \text{ \AA}$, $V = 529.1022 \text{ \AA}^3$ de acordo com o cartão ICSD. No que se refere aos tamanhos de cristalitos os valores encontrados pelo GSAS, pela equação de Scherrer e pela equação de W-H foram 70.32 nm, 63.8 nm e 64.4 nm respectivamente; apresentando erros relativos de 10.9 % para os valores GSAS/Scherrer, 9.1 % para os valores W-H/GSAS e, 0.9 % para valores W-H/Scherrer. A microdeformação do GSAS fornece o quantitativo de 0.02 %, enquanto a técnica de W-H apresenta 0.072 %. Os valores de parâmetros de rede, volume e densidade atômica obtidos pelo método de refinamento Rietveld dos difratogramas estão de acordo com os parâmetros cristalográficos do banco de dados ICSD. Através do refinamento Rietveld considerando o modelo isotrópico foi possível obter valores de tamanhos médios de cristalitos e microdeformação para o ZnO.