

Preparação e caracterização estrutural e magnética de óxidos semicondutores por difração de raios-X

L. R. Sarti^{1*}, J. M. A. Almeida^{1,2}, A.A. Coelho¹, K.R. Pirola¹, A.S. de Menezes¹ and L. P. Cardoso¹.

¹LPCM – DFA - IFGW (CP 6165) - Universidade Estadual de Campinas-UNICAMP, 13083-970 Campinas, SP

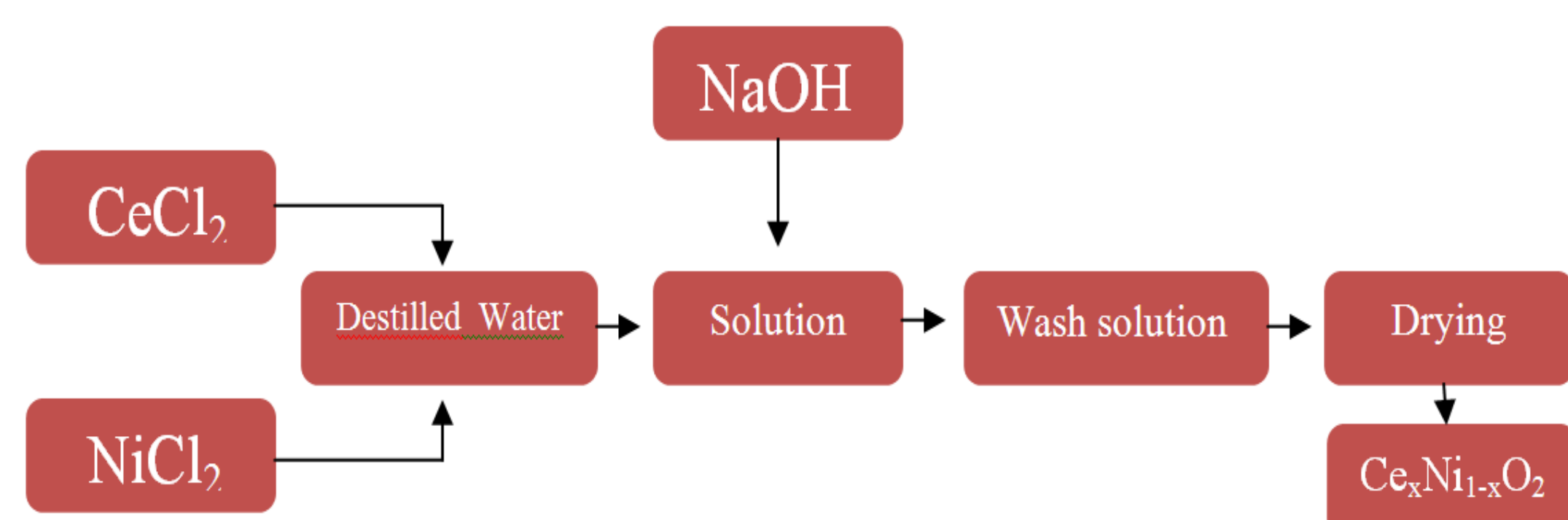
²Universidade Federal de Sergipe, 49500-000, Itabaiana, SE



RESUMO:

A motivação deste trabalho é a possível aplicação de CeO₂ em eletrônica, catálise, materiais de polimento, aditivo cerâmico e como eletrólito sólido [1]. O processo de síntese em sistemas nanométricos de óxidos semicondutores CeO₂ puro e dopado com metais de transição é estudado, bem como, as propriedades estruturais e magnéticas desses óxidos. CeO₂ dopado com metais de transição em baixas concentrações se comportam como semicondutores magnéticos diluídos (DMS). As amostras da série de CeO₂ dopado com Ni foram obtidas por meio do método de co-precipitação usando os sais CeCl₃ e NiCl₂ em solução aquosa para ser precipitado com a adição de NaOH. As amostras foram caracterizadas estruturalmente por difração de raios X utilizando uma radiação de Cu em um difratômetro Philips PW1710 para amostras policristalinas dotado de monocromador de grafite pirolítico para feixe difratado e usando o método de refinamento Rietveld [2]. Os resultados do método de Rietveld mostram uma expansão da célula unitária do CeO₂ para baixa concentração de Ni (1%) como esperado e, também, uma contração da célula unitária para valores maiores (ordem de 5%) e tamanho médio de cristalito da ordem de 5 nm. A caracterização magnética mostrou um aumento na ordem ferromagnética para o intervalo de concentração (x) entre 0,5% e 1,0%. Esse ordenamento ferromagnético é reduzido novamente para x = 1,5%. Os resultados obtidos neste trabalho são coerentes com os publicados na literatura [3] embora para um método diferente de preparação de amostra e um maior tamanho de nanopartículas de CeO₂ dopado com Ni.

PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS:



MÉTODO DE RIETVELD E FATORES DE CONFIANÇA:

$$R_{wp} = \sqrt{\frac{\sum_i w_i (Y_{i(obs)} - Y_{i(calc)})^2}{\sum_i w_i Y_{i(obs)}^2}} \quad \chi^2 = \left(\frac{R_{wp}}{R_e} \right)^2$$

$$R_e = \sqrt{\frac{(N-P)}{\sum_i w_i Y_{i(obs)}^2}}$$

R_{wp} = ponderado

R_e = Esperado

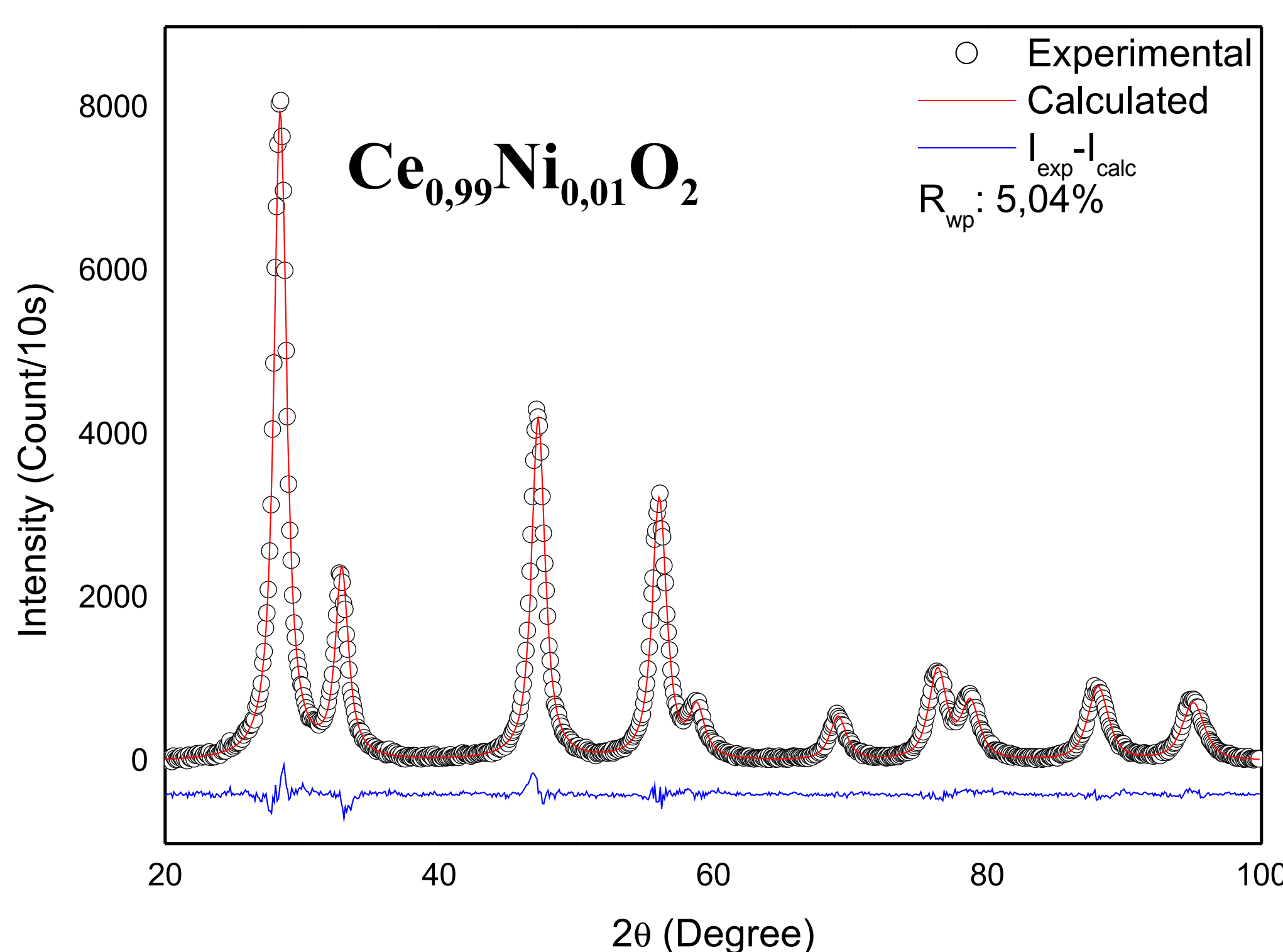
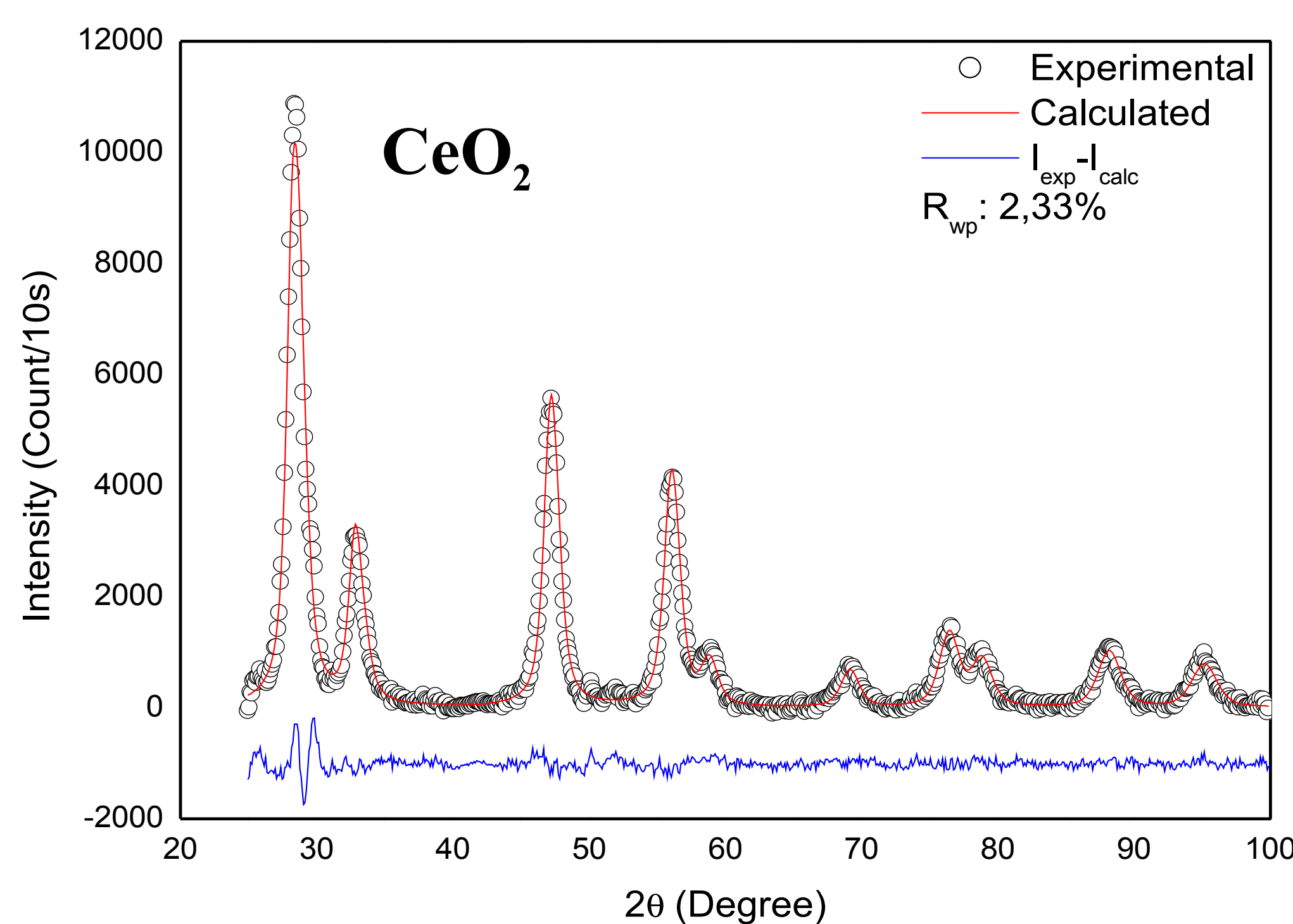
ANÁLISE ISOTRÓPICA DO TAMANHO DO CRISTALITO

$$p = \frac{k\lambda}{H_p(2\theta) \cos \theta}, \quad [4]$$

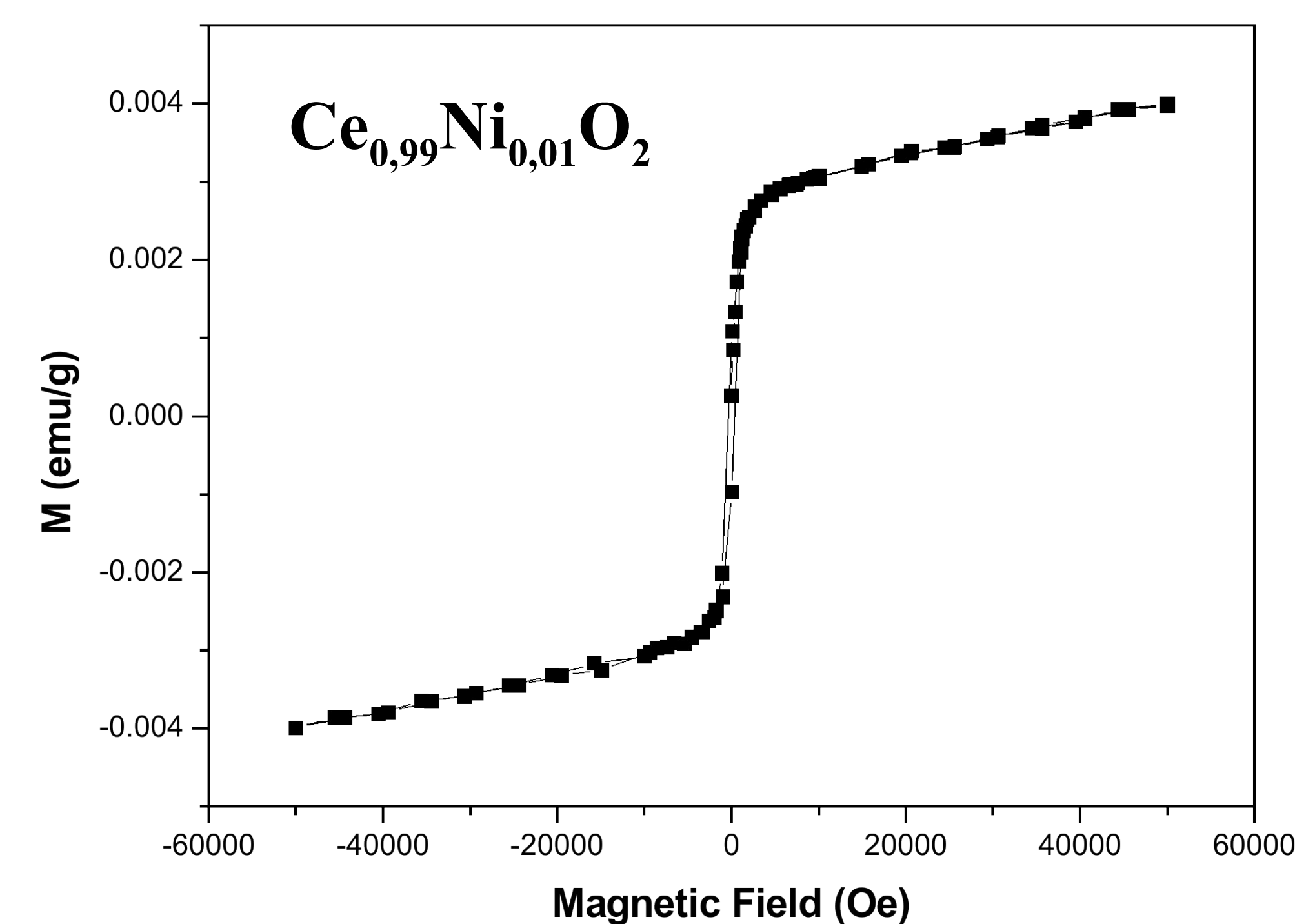
$$\varepsilon = \frac{H_d(2\theta)}{4 \tan \theta},$$

p = Tamanho do cristalito ε = micro tensão

MEDIDAS E REFINAMENTO RIETVELD



MEDIDA M x H (Característica ferromagnética)



CONCLUSÃO:

	R _{wp} (%)	χ ²	Tamanho do cristalito (nm)
CeO ₂	2,3	2,4	6,2
Ce _{0,99} Ni _{0,01} O ₂	5,0	1,7	6,2
Ce _{0,97} Ni _{0,03} O ₂	4,2	1,4	4,5
Ce _{0,95} Ni _{0,05} O ₂	5,2	2,1	4,1

REFERENCIAS:

- [1] E. N. S. Muccillo, T. C. Porfírio, S. K. Tadokoro, J. F. Q. Rey, R. A. Rocha, M. C. Steil, R. Muchillo, *Cerâmica* 51 (2005) 157-162.
- [2] H.M. Rietveld, *Acta Crystal.* 22, 151 (1967).
- [3] A.Thurber, K.M.Reddy, V. Shutthandan, M.H. Engelhard, C. Wang, J. Hays, J. and A. Punnoose, *Phys. Rev.* (2007) B 76, 165206
- [4] Klug, H. P.; Alexander, L. E. *X-ray Diffraction Procedures*. 2nd. Ed. New York: John Wiley, 1974. 996 p.

APOIO:



cardoso@ifi.unicamp.br