

# Avaliação da influência da cristalinidade sobre a determinação do tamanho do cristalito do óxido semiconductor ZnO

Diego Costa Ferreira Moreira (IC)\*, Fernando A. Sigoli (PQ), Italo Odone Mazali (PQ)

Laboratório de Materiais Funcionais - Instituto de Química - UNICAMP - Caixa Postal 6154 - Campinas, SP, CEP 13084-971 - Brasil

g070632@iqm.unicamp.br

Palavras-chave: óxidos semicondutores - nanopartículas - cristalinidade



## Introdução

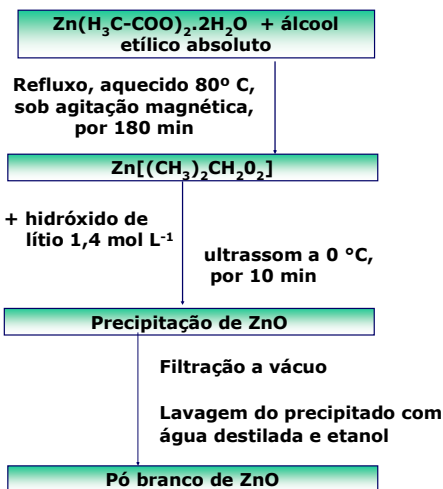
A maioria das rotas de síntese de nanopartículas consiste no método sol-gel ou em etapas de hidrólise, as quais produzem nanopartículas não-cristalinas em um estado inicial.

A cristalinidade é obtida via tratamento térmico. O crescimento de cristalito é acompanhado pelo aumento do grau de cristalinidade, fato que interfere na determinação do tamanho do cristalito a partir da equação de Scherrer. Cristalitos inferiores a 1  $\mu\text{m}$  são responsáveis pelo alargamento dos picos de difração de raios X (XRD) e redução da intensidade, parâmetros estes que sob a perspectiva de ordenamento a longa distância implicam em redução do grau de cristalinidade.

O objetivo deste trabalho é a investigação da contribuição dos parâmetros tamanho de cristalito e cristalinidade sobre a largura a meia-altura dos picos de XRD.

Foi utilizado o óxido semiconductor de zinco, ZnO, devido a sua importância em várias aplicações tecnológicas, tais como ópticas, eletrônicas, catalítica e de sensoriamento.

## Metodologia



Foi feito o tratamento térmico das amostras de ZnO em um forno tubular, a fim de se obter aumento do tamanho de partícula e a variação da cristalinidade.

Caracterizou-se as amostras obtidas por XRD.

## Resultados e Discussão

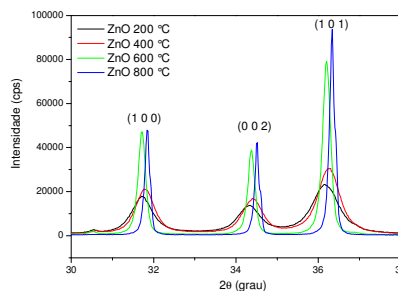


Figura 1 - Difratoogramas de XRD do ZnO com tratamento térmico em diferentes temperaturas

Tabela 2 - Tamanho dos cristalitos calculado pela equação de Scherrer por temperatura de tratamento térmico

T(°C)	Tamanho de cristalito (nm)			
	(1 0 0)	(0 0 2)	(1 0 1)	Valor médio
200	30,4	28,5	23,5	27,5
400	34,2	32,1	28,7	31,7
600	89,0	97,4	86,6	91,0
800	135,2	161,6	131,1	142,6

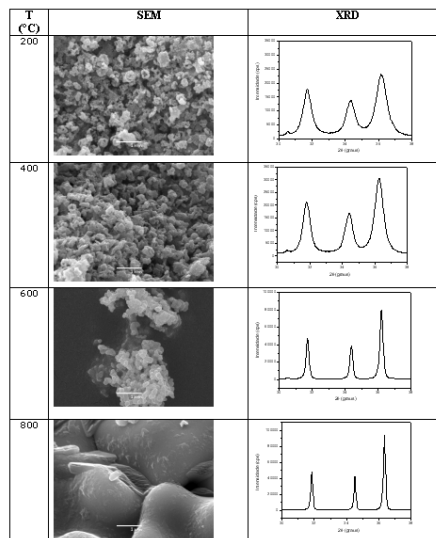


Figura 3 - Imagens SEM em comparação com o XRD, com tratamento térmico em diferentes temperaturas

Tabela 1 - Planos de difração característico de ZnO obtido

T(°C)	2θ (grau)		
	(1 0 0)	(0 0 2)	(1 0 1)
200	31,69	34,29	36,15
400	31,76	34,38	36,23
600	31,69	34,35	36,17
800	31,82	34,49	36,31

Com os dados de XRD aplicados à equação de Scherrer se obtém o tamanho dos cristalitos, descritos na tabela 3, comprovando-se que ocorre um aumento do tamanho da partícula com o tratamento térmico

$$\tau = \frac{K \cdot \lambda}{(B_{\tau} - b) \cdot \cos \theta}$$

Equação de Scherrer, onde  $\tau$  é tamanho de cristalito  $B_{\tau}$  e  $b$  são a largura a meia-altura do pico de difração de maior intensidade da amostra e de um padrão (Si policristalino), respectivamente.  $\theta$  é o ângulo do máximo do pico de difração de maior intensidade e  $K$  é uma constante, cujo valor depende da forma do cristalito. Adotando-se como condição de contorno que os cristalitos são esféricos, temos  $K = 0,9$ .

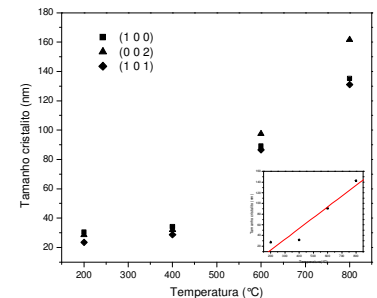


Figura 2 - Tamanhos dos cristalitos calculados de acordo com a equação de Scherrer

## Conclusão

- Foi possível sintetizar ZnO via método sol-gel na escala nanométrica.
- Com o tratamento térmico obteve-se um aumento do tamanho das partículas por coalescência, como comprovado por SEM.