



Análise Estrutural e Espectroscopia Mössbauer de Mulitas do Tipo $\text{Bi}_2(\text{Fe}_x\text{M}_{1-x})_4\text{O}_9$, M = Al/Ga/Cr

André Mikio Anderson Shimonishi (PIBIC/CNPq/FA/UEM), Klebson Lucenildo da Silva (Orientador), e-mail: silvaklebson@dfi.uem.br.

Universidade Estadual de Maringá / Centro de Ciências Exatas/Maringá, PR.

Área: Ciências Exatas e da Terra; Sub-área: Física.

Palavras-chave: Análise, Estrutura, Mulita

Resumo:

Mulitas substituídas do tipo $\text{Bi}_2(\text{Fe}_x\text{M}_{1-x})_4\text{O}_9$, (M = Al, Ga e Cr) foram sintetizadas por moagem de alta energia, seguida de tratamento térmico em atmosfera livre e as amostras preparadas foram investigadas por difração de raios-X com uso do refinamento Rietveld.

Nos sistemas do tipo mulita $\text{Bi}_2(\text{Fe}_x\text{M}_{1-x})_4\text{O}_9$, (M = Ga, Al e Cr), as distribuições de cátions entre seus dois sítios já são conhecidas. Portanto, será induzida uma nova distribuição de cátions (Fe e M) por meio de uma remoagem dos sistemas como preparados. A diminuição do tamanho de partícula propicia uma preferência catiônica de alguns átomos por determinados sítios cristalográficos, resultado esse, que já foi obtido em sistemas similares. Esse tipo de redistribuição catiônica modifica as características do material, no que diz respeito às suas propriedades estruturais e magnéticas da rede cristalográfica, distorcida mecanicamente com a inserção de novos elementos estruturais.

Introdução

Um dos métodos mais promissores de análise estrutural de compostos cristalinos é a Difração de Raios-X, que permite, por meio da detecção de feixes difratados de Raios-X incididos sobre uma dada amostra, determinar a existência de planos cristalográficos (BHADESHIA H. D. K. H., 2006), e assim, a determinação de sua estrutura.





Dentro da difração de Raios-X a análise de amostras em pó fornece uma forma prática de estudo de materiais compostos por diversos elementos e com a possível análise de diferentes fases da amostra.

O Refinamento Rietveld é uma técnica que, dados os avanços tecnológicos em termos do poder computacional atual, se torna cada vez mais eficaz na determinação estrutural de pós cristalinos, sendo altamente baseada na análise de diversos parâmetros estruturais simultaneamente, fornecendo resultados que permitem diversas formas de análise posteriores dos resultados obtidos, especialmente para amostras modificadas de estruturas já previamente determinadas.

Considerando as capacidades de tais técnicas este trabalho tem como objetivo realizar a preparação de Mulitas substituídas e a análise de sua estrutura, dentre outras, através da difração de Raios-X e refinamento Rietveld.

Materiais e Métodos

As amostras analisadas neste projeto serão preparadas por tratamento térmico das misturas de Bi_2O_3 , Fe_2O_3 e M_2O_3 em pó (pureza mínima de 99,9%), reunidos nas razões molares apropriadas. Antes do tratamento térmico, a ser realizado por 24 h na temperatura de 800°C , em atmosfera livre, os precursores serão moídos por 6 h em um vaso de aço endurecido com esferas também de aço endurecido, em atmosfera livre, em um moinho do tipo planetário (FRITSCH - Pulverisette 6). A razão (massa das esferas) / (massa do pó) e a velocidade de rotação serão, como habitualmente tem sido empregado, de 20:1 e 300 rpm, respectivamente.

Caracterização

As amostras obtidas são caracterizadas por difração de raios-X e espectroscopia Mössbauer. A difratometria de raios-X, acompanhada por análise Rietveld, indica as fases existentes e sua quantidade relativa nas amostras, fornecendo parâmetros de rede, posições atômicas, fração de ocupação e tamanho de cristalito. O difratômetro de raios-X (da COMCAP/UEM) estará disponível para análise, principalmente para os sistemas com redistribuição de cátions, que deverá variar as intensidades de alguns planos cristalográficos com a temperatura.





Resultados e Discussão

Após os processos de preparação das amostras, o sistema mulita do tipo $\text{Bi}_2(\text{Fe}_x\text{M}_{1-x})_4\text{O}_9$ foi submetido à identificação estrutural por difração de Raios-X e análise usando o método Rietveld.

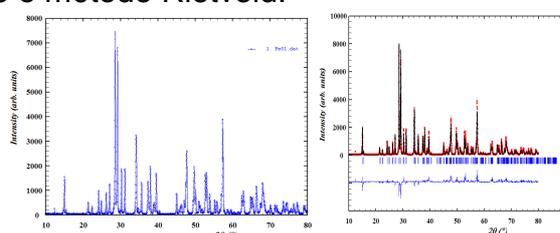


Figura 1: Intensidade vs. 2θ ;

Na figura 1 podemos identificar um difratograma para um composto específico do sistema mulita, ou seja, $\text{Bi}_2(\text{Fe}_{0.5}\text{Al}_{0.5})_4\text{O}_9$. Como podemos observar na figura 1 (a), os picos de difração são típicos de uma estrutura bem cristalizada e sem fases amorfas, o qual é comum em sistemas preparados por rotas mecânicas (moagem de alta energia). A figura 1 (b) apresenta o refinamento Rietveld da amostra mulita para $x = 0,5$, como pode-se constatar, todos os picos da estrutura se ajustam de acordo com a análise teórica, ou seja, além da amostra obtida ser totalmente cristalina, ainda apresenta-se monofásica, mostrando assim a eficiência do método mecânico na obtenção dos sistemas mulitas do tipo $\text{Bi}_2(\text{Fe}_x\text{M}_{1-x})_4\text{O}_9$ (Silva, K. L., 2011).

Conclusões

A análise de dados gerados pela difração de Raios-X permite a obtenção de resultados de alta precisão na caracterização de estruturas cristalinas e tem grande utilidade no estudo de amostras compostas por diversas fases e especialmente para o estudo do efeito da inserção de diferentes átomos em diversos materiais, em concentrações variadas, em estruturas conhecidas, objetivando um sistema com diferentes propriedades físicas.

Agradecimentos

Ao professor Klebson Lucenildo da Silva pelo apoio, orientação e compreensão.





À UEM, fundação Araucária e CNPq pelo apoio financeiro e estrutural.

Ao professor Breno Ferraz de Oliveira pelo voto de confiança.

A todos os colegas de laboratório, que me auxiliaram sempre que necessário.

Referências

BHADESHIA H. D. K. H. Graduate Institute of Ferrous Technology.
Introduction to Crystallography. Disponível em: <
<http://cml.postech.ac.kr/2006/intro.cryst.pdf>>. Acesso em 5 jun. 2016.

SILVA, K. L. **Propriedades Estruturais e Magnéticas de Soluções Sólidas do Tipo $\text{Bi}_2(\text{M}_x\text{Al}_{1-x})_4\text{O}_9$ (M = Fe, Ga).** 2011. 149f. Tese (Doutorado)- Programa de Pós Graduação em Física, Universidade Estadual de Maringá, Maringá, 2011.

