

SÍNTESE DE TUNGSTATO DE ESTRÔNCIO DOPADO COM BÁRIO E CARACTERIZAÇÃO POR REFINAMENTO RIETVELD E MICRORAMAN

*André Lima e Silva (bolsista do PIBIC/UFPI), Maria Rita de Moraes Chaves
Santos(Orientadora, Depto de Química – UFPI)
andre_limaesilva@hotmail.com*

RESUMO

Tungstatos de cálcio, e bário têm conhecida propriedade fotoluminescente, servindo a diversas aplicações tecnológicas. A dopagem modifica os parâmetros de rede e altera as propriedades luminescentes. Este trabalho tem como objetivo a síntese e caracterização deste sólidos.

PALAVRAS – CHAVE:

Tungstato de estrôncio. DRX. Rietveld.

INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas os tungstatos foram objetos de estudo de muitos pesquisadores em virtude de seu longo histórico de aplicações tecnológicas (BLISTANOV, 2005). Na ciência dos materiais os tungstatos são compostos de grande relevância e conhecidos por suas propriedades ópticas que lhes confere aplicações, em lasers, detectores, cintiladores, fibras ópticas e como material fotoluminescente e fotocatalítico (MIKHAILIK, et al, 2008). O presente trabalho de pesquisa visa à síntese do tungstato de estrôncio e dopagem do mesmo com bário pelo método de co-precipitação e refinamento de Rietveld, com o objetivo de caracterizar estes cristais a fim de obter aprofundamento no conhecimento acerca de suas propriedades, principalmente no que tange as características fotocatalíticas e fotoluminescentes.

METODOLOGIA:

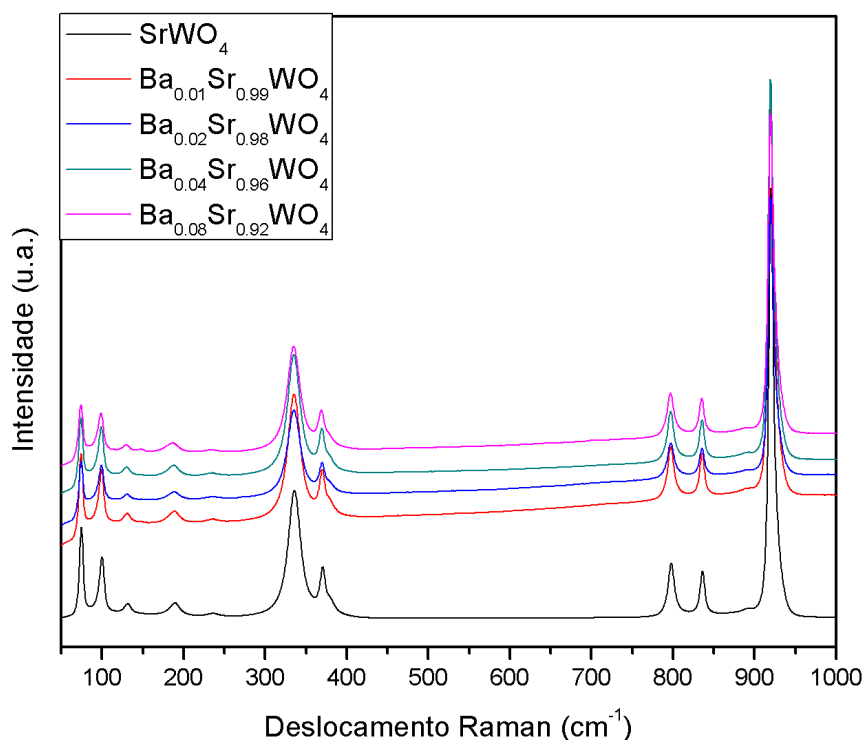
Preparou-se um sistema de síntese com nitrato de estrôncio solubilizado em 50 mL de água deionizada, posteriormente adicionou-se a quantidade do acetato de bário (de acordo com o percentual de dopagem: 1, 2, 4 e 8%) solubilizado em 50 mL de água deionizada. A mistura reacional permaneceu sob agitação durante 30 minutos à temperatura ambiente. Após este período, deixou-se a solução em repouso, de forma que o sal dopado precipitasse, o sólido foi lavado por três vezes e então seco através da retirada de parte da água sobre o precipitado e evaporação do restante com ajuda da adição de pequena quantidade de acetona. Os ensaios de difração de raios-X (DRX) foram realizados em um equipamento Shimadzu XRD-6000 utilizando radiação $\text{CuK}\alpha$, com verredura de 10 a 110° (2 θ) e passo de 1°/mim para

determinação das fases cristalinas presentes, para o refinamento Rietveld foi empregado o software Maud. As análises de MicroRaman dos pós foram obtidas com o aparelho Brooker Senterra MicroRaman empregando laser de 532 nm, potência de 10mW e tempo de integração de 10 segundos.

RESULTADOS E DISCUSSÃO:

Os ensaios de difração de raios-X realizados revelaram a obtenção da fase cristalina esperada de tungstato de estrôncio (PDF 01-085-0587) em todas as amostras, uma vez que a modificação de rede produzida pela adição do bário ao retículo não deve alterar a estrutura cristalina do tungstato de estrôncio que pode ser notada pela permanência dos ângulos de difração de forma a obedecer a lei de Bragg. Os dados obtidos foram analisados pelo método de Rietveld, através do software Maud, de licença freeware e disponível para download no site. A tabela 1 apresenta o as posições atômicas, parâmetros de rede e dados estatísticos do refinamento.

Figura 1- Espectro MR de SrWO₄ e suas formas dopadas.



Nove modos ativos para Raman (figura 1) foram detectados no espectro MR, três vibrações A_g (919,36; 335,94 e 183,43 cm⁻¹), três B_g (836,42; 370,53 e 74,64 cm⁻¹) e três E_g (797,93; 131,26 e 99,93 cm⁻¹) o que confirma a fase de tungstato de estrôncio. É possível

ainda observar um aumento da linha de fundo do espectro, o que sugere aumento da fotoluminescência.

Tabela 1 - Posições atômicas obtidas pelo método Rietveld.

■ Átomos	Wycroff	x	y	z
Sr	4b	0	0	0,5
W	4a	0	0	0
O	16f	0,2675	0,1479	0,0772

a = b = 5,4255Å; c = 11,9588Å; Rp = 11,86%; Rwp = 10,94%; Rexp = 5,26% and S = 2,25

CONCLUSÕES:

O método de co-precipitação se mostrou eficiente para produção de sais finos de tungstato de estrôncio, como pôde ser confirmando pelas análises de difração de raios-X, refinamento Rietveld e espectroscopia MicroRaman. Fica evidenciado, também, que mesmo sob as mais simples condições desenvolvidas em um laboratório de pesquisa (temperatura ambiente, pressão atmosférica, pouco tempo de reação, emprego de sistema de reação simples, suficiente agitação e sem pós-processamento) é possível a síntese do tungstato de estrôncio e dopagem do mesmo.

AGRADECIMENTO

CNPQ

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

MIKHAILIK, V. B.; KRAUS, H.; KAPUSTYANYK, V.; PANASYUK, M.; PROTS, YU.; TSYBUKSKYI, V.. VASYLECHKO, L. Structure, luminescence and scintillation properties of the MgWO₄-MgMoO₄ system. J. Phys.: Condens. Matter, vol. 20. 2008.

BLISTANOV, A. A. et al. Luminescence of Crystals of Divalent Tungstates, Phys. Properties of Crystals, 50: 319- 325, 2005.