

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA  
DO RIO DE JANEIRO



*DCMM - DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA DOS MATERIAIS E METALURGIA*

## SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ZnO

**Aluna: Ludmila Meneses Simas de Souza<sup>1</sup>**  
**Orientador: Francisco José Moura<sup>2</sup>**



---

<sup>1</sup> Aluno de Graduação do curso de Engenharia Química da PUC-Rio.

<sup>2</sup> Professor o do Departamento de Ciências dos Materiais eMetalurgia da PUC-Rio.

# SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ZnO

**Aluna:** Ludmila Meneses Simas de Souza

**Orientador:** Francisco José Moura

## Introdução

O óxido de zinco (ZnO) nano-estruturado apresenta diferentes morfologias, incluindo agulhas, anéis, fitas, placas e cilindros. Atualmente, essas estruturas têm concentrado o interesse de diferentes grupos de pesquisa pelas suas aplicações em fotônica<sup>1</sup>. O ZnO pode ser usado na construção de dispositivos de emissão ultra violeta (UV), sensores de gás, dispositivos transparentes eletrônicos e dispositivos de superfície de onda acústica<sup>2</sup>.

Os principais processos para a realização da síntese de cristais de ZnO são: sol-gel, hidrotérmico<sup>3</sup>, MOCVD (Metal Organic Chemical Vapor Deposition) e a síntese em fase vapor<sup>1,4,5</sup>.

## Fundamentos Termodinâmicos

A termodinâmica é uma ferramenta útil no desenvolvimento de novos processos. Os cálculos termodinâmicos podem estabelecer a conversão teórica e os parâmetros operacionais importantes na condução dos experimentos, tais como, temperatura, pressão e concentração de reagentes.

A Figura 1 mostra a pressão do zinco e dos elementos contaminantes versus temperatura.

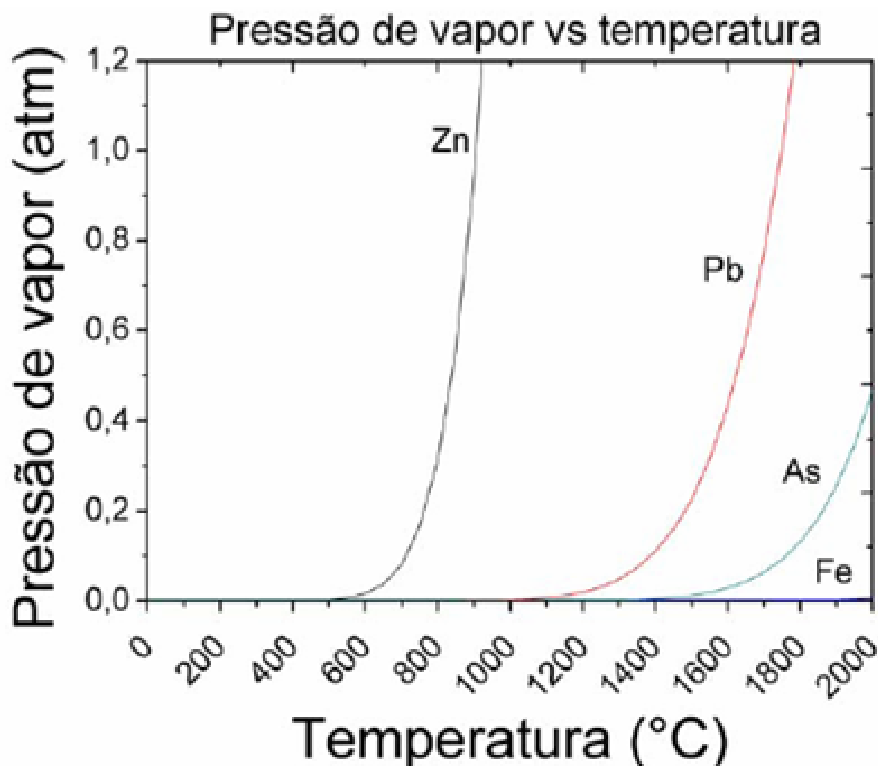


Figura 1. Pressão de vapor do zinco e dos contaminantes presentes na amostra.

Pode-se observar que a partir de 500°C a pressão de zinco já é significativa e aproxima-se de 1 atm para temperaturas próximas de 850°C. As pressões parciais associadas com os elementos contaminantes não são significativas na faixa de temperatura em que os experimentos foram executados (900 a 1000°C).

A Figura 2 mostra a composição de equilíbrio versus temperatura para o sistema reacional de  $Zn:0,5O_2(ar)$ . Pode-se observar que a formação de ZnO a partir da reação em fase gasosa entre o  $Zn(v)$  e o  $O_2(g)$  é possível em toda a faixa de temperatura analisada. Pode-se observar também que o ZnO começa a se decompor em temperaturas acima de 1400°C.

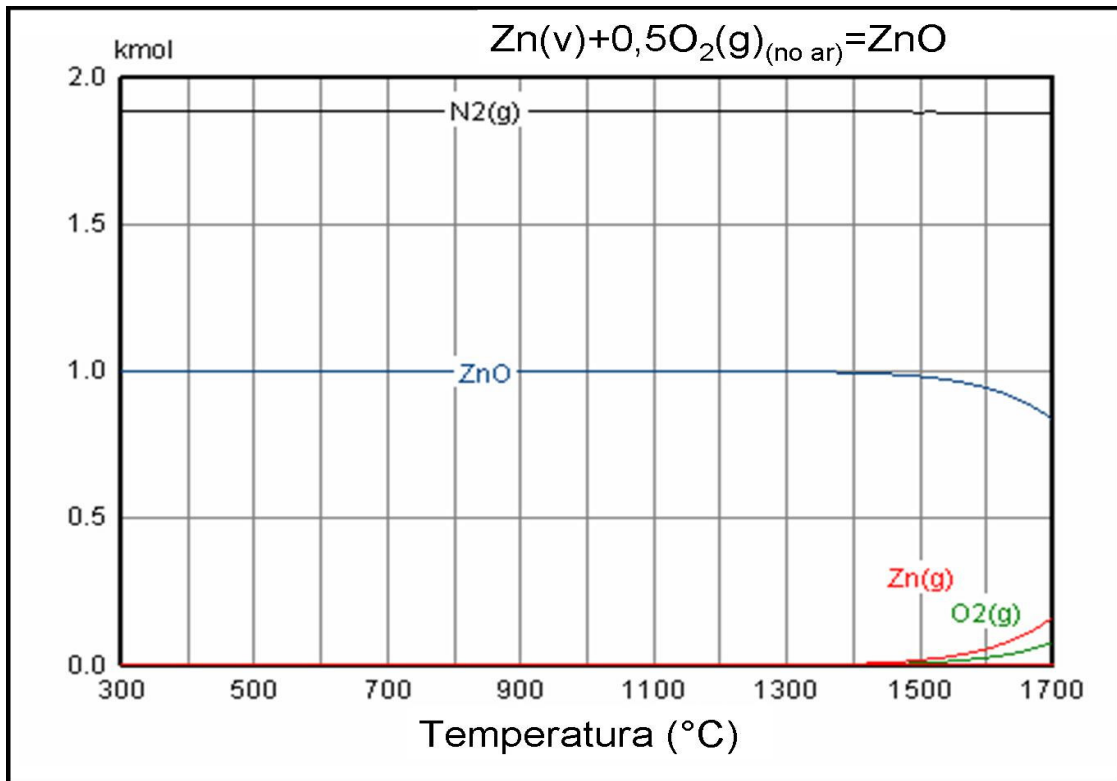


Figura 2. Diagrama de composição de equilíbrio vs. temperatura.

### Procedimento Experimental

O óxido de zinco foi sintetizado pela oxidação de Zn metálico vapor e oxigênio contido no ar (21% molar). Foi utilizado um reator tubular de alumina (Figura 2) com controle local da temperatura. A evaporação do Zn aconteceu na faixa de temperaturas 900- 1000°C sob pressão e gradiente térmico controlados. Zn metálico foi introduzidos no reator e, durante o processo de aquecimento, o oxigênio contido no ambiente, reage com a superfície do Zn formando uma camada de ZnO que encapsula o Zn líquido contendo o vapor de Zn gerado. Quando a força gerada pela pressão de vapor do zinco supera a resistência da camada de óxido trincas são formadas permitindo a emissão do vapor de Zn que se oxida na medida em que percorre o reator.

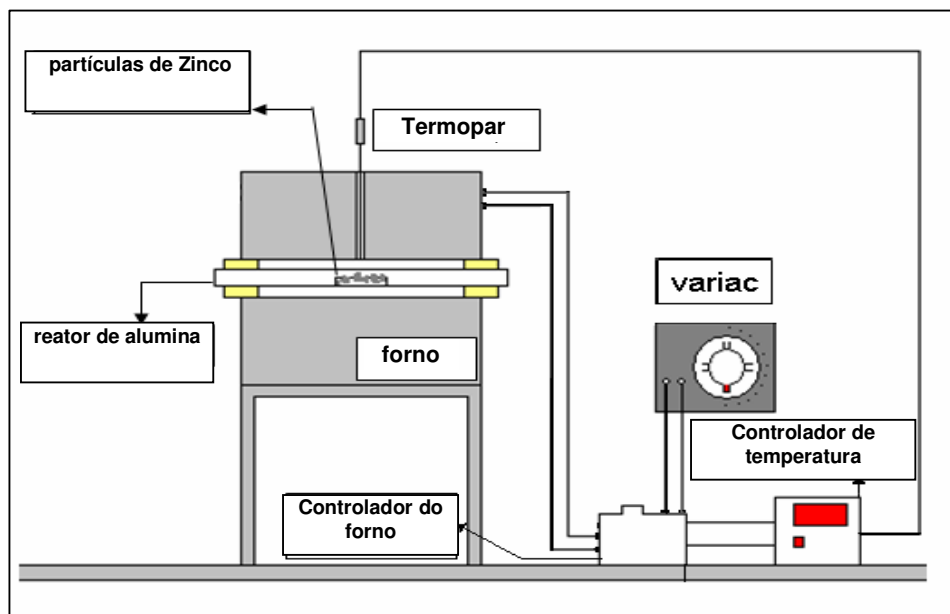


Figura 2. Desenho esquemático do aparato experimental.

### Resultados e Discussão

A Figura 3(a) apresenta uma imagem em elétrons secundários mostrando as diferentes morfologias encontradas para o ZnO sintetizado por este método.

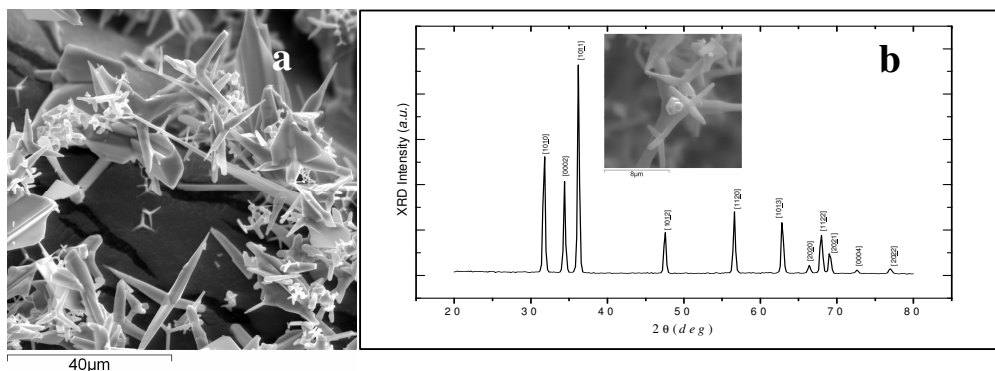


Figura 3. a) Imagem de MEV obtida por elétrons secundários apresentando as diferentes morfologias obtidas para o ZnO e b) Difratoograma de Raios-X, em destaque imagem mostrando um cristal hexagonal.

Podem-se observar plaquetas e tetrapodos. No difratograma de Raios-X observa-se claramente 11 picos de difração bem definidos. Estes picos foram identificados por comparação usando a carta cristalográfica JPDS No 36-1451. As intensidades de difração indicam que o material é altamente cristalino, as posições dos picos correspondem à estrutura cristalina hexagonal wurtzita, que para o óxido de Zinco é conhecida como Zincita, como evidenciado em destaque dentro da Figura 3 (b).

### References

- 1 - C. Ronning, N.G. Shang, I. Gerhards, and Hofsass, *J. Appl. Phys.* **96** (2005) 034307.
- 2 - S.J. Pearton, S. P Norton, K. Ip, Y.W. Heo, T. Steiner, *Prog. Mat. Sci.* **50** (2005) 293.
- 3 - W. Peng, S. Qu, G. Cong and Z. Wang, *Crystal Growth & design*, **6** (6), 1518 (2005)
- 4 - Y.X. Chen, M. Lewis, and W. L. Zhou, *J. Crystal Growth* **282** (2005) 85.
- 5 - Y. Day, Y. Zhang, Q. K. Li and C. W. Nan, *Chem. Phys. Lett.* **358**, 83(2002)