

A INFLUÊNCIA DO TEMPO DE SÍNTESE PARA OBTENÇÃO DO ÓXIDOS DE ZINCO COM ADIÇÃO DE 10% DE ALUMÍNIO POR MÉTODO HIDROTERMICO ASSISTIDO POR MICROONDAS

WESLEY SCHWARTZ¹; GUSTAVO PRADO DOS PASSOS²; LUANA FARIAS³;
CÁTIA LIANE ÜCKER⁴; MARCELO VITALE⁵; SÉRGIO CAVA⁶

¹Universidade federal de Pelotas – wesleyschwartz@hotmail.com

² Universidade federal de Pelotas – gustavopprado@hotmail.com

³ Universidade federal de Pelotas – luana.fariasc@hotmail.com

⁴ Universidade federal de Pelotas – catiaucker@gmail.com

⁵ Universidade federal de Pelotas – marcelo.lvitale@gmail.com

⁶ Universidade federal de Pelotas – sergiocava@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

Conforme POLAMARES *et al.* (2002) as células solares sensibilizadas por corantes (DSSC) baseadas em semicondutores de óxidos orgânicos demonstram-se como uma promissora tecnologia para as células solares. KO *et al.* (2011) afirmam que essa tecnologia melhora a eficiência de conversão de luz solar em energia elétrica, que baixa o custo de produção e que ainda podem ser utilizados inúmeros semicondutores nas mesmas, sendo o dióxido de titânio (TiO_2) o mais usual, devido a interessantes propriedades ópticas e elétricas.

O óxido de zinco (ZnO) é um semicondutor com propriedades similares ao TiO_2 , sendo assim possível de ser utilizado em DSSC, por apresentar um bandgap de 3.37 eV e ainda ser um material de baixo custo de produção, de fácil disponibilidade, não-toxico e altíssima estabilidade térmica e química (MALDONADO e STASHANS, 2010).

BARUAH e DUTTA (2009) demonstram que o método hidrotérmico assistido por micro-ondas é eficiente para sintetizar o ZnO , e que ainda é simples, de baixo custo, temperaturas de síntese são baixas e a metodologia total ser rápida em comparação a outras rotas de síntese.

Alguns elementos dopantes típicos, como F, B, Al, Ga, In e Sn, são utilizados para produzir filmes de ZnO condutores, buscando melhorar as propriedades ópticas e elétricas do ZnO . Dentro destes elementos dopantes o alumínio se destaca em razão de ser um material barato, abundante e não tóxico (CAGLAR *et al.*, 2007).

Assim neste trabalho, o ZnO foi sintetizado com uma fração de dopagem, de 10% de alumínio, este chamado de AZO:10%, através do método hidrotérmico assistido por microondas. Foram feitas amostras em tempos diferentes de síntese (30 minutos e 1 hora) com o intuito de verificar a influência do tempo de síntese na morfologia das amostras. Para caracterizar o pó obtido, técnicas de caracterização como difração de raios-x (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV), Espectroscopia RAMAN e absorção UV-visível serão realizadas, para verificar o potencial do Al-ZnO com diferentes porcentagens de dopagem para posterior aplicação em células sensibilizadas por corantes.

2. METODOLOGIA

Os óxidos de zincos com a adição de 10% de alumínio foram obtidos através dos precursores de nitrato de zinco, de nitrato de alumínio e de hidróxido de potássio. Para definir os pesos dos substratos foi feito o cálculo estequiométrico.

Para a obtenção das amostras com diferentes tempos de síntese de óxidos de zinco dopado com 10% de alumínio (AZO:10%), foi primeiramente preparado uma solução em um becker utilizando 80 mL de água destilada e 0,5611g de KOH, esta ficou sob agitação constante durante 5 minutos até homogenização total. Posteriormente esta solução foi dividida em duas partes, a primeira contendo 60 mL e 2,677g de Nitrato de zinco, já a segunda com 20 mL e 0,3751g de nitrato de alumínio. Durante 5 minutos, ambas as partes foram mantidas sob agitação constantes, assim obtendo homogenização total das partes. Em seguida as duas partes foram colocadas em um único becker e mantida sob agitação constante durante 3 minutos para a homegenização total. Esta solução final foi transferida para célula reacional de teflon, a qual foi acoplada e vedada, visto que se trata de um sistema fechado de síntese. As sínteses foram programadas para ocorrerem em tempos de 30 minutos e 1 hora a 140°C, com taxa de aquecimento de 10°C/min.

Completa as sínteses dos solutos de AZO:10%, estas foram transferidas para tubos falcons com intuito de estabilizar o pH e eliminar impurezas. Assim, foram realizadas centrifugações de 10 minutos a 3.600rpm, para a lavagem. A primeira medição mostrou pH 5. Realizada a primeira lavagem com água destilada a solução mostrou pH 6. Retirados os falcons da centrifuga e postos em placas de petri para secar em estufa a 100°C por 24 horas.

Após secagem dos solutos, os mesmos tornaram-se pós que foram transferidos para eppendorfs.

Com a finalidade de revelar informações sobre a estrutura cristalina dos pós foi utilizado o método de análise não destrutivo de Difração de Raio-X (DRX).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Através da técnica de DRX e com o auxílio de softwares é possível identificar nas figuras 1 e 2 a presença de elementos químicos e fases cristalinas nas duas amostras.

A amostra sintetizada durante 30 minutos foi analisada e observou-se a presença de potássio e nitrogênio, elementos químicos indesejáveis. Por conseguinte, esses elementos químicos resultaram em fases cristalinas indesejáveis de nitrato de potássio, conforme indica sua respectiva ficha cristalográfica (01-081-0070). Além desses elementos químicos, também foram encontrados alumínio e zinco, elementos químicos desejáveis para amostra que resultaram em fases cristalinas desejáveis de AZO, de acordo com sua respectiva ficha cristalográfica (023-1491).

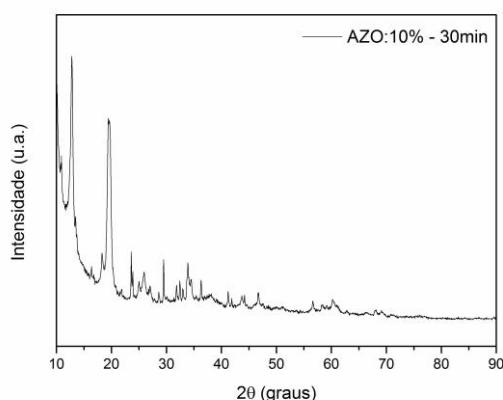


Figura 1 - (DRX-AZO:10%-30min)

A amostra sintetizada durante 1 hora, apresentou os mesmos elementos químicos e fases cristalinas que a amostra sintetizada durante 30 minutos, entretanto as fases cristalinas de AZO apresentaram maiores intensidades características e consequentemente fases cristalinas com menores intensidades características de nitrato de potássio, e logo, menores porcentagens dos elementos nitrogênio e potássio.

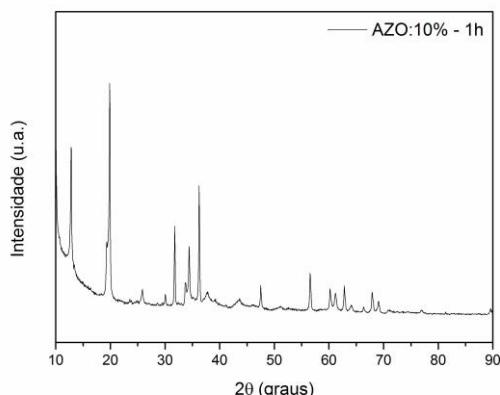


Figura 2 - (DRX-AZO:10%-1h)

4. CONCLUSÕES

O trabalho que está em desenvolvimento apresenta resultados de DRX em que ambas amostras não evidenciaram morfologia igual ao do composto desejado apenas algumas intesidades características equivalentes ao AZO. Contudo, a amostra sintetizada durante 1 hora apresentou características mais semelhantes ao AZO do que a amostra sintetizada durante 30 minutos. Logo, fica evidente que o aumento de tempo de síntese pode resultar em uma morfologia equiparada ao AZO.

Ainda, pode se considerar possíveis mudanças nos parametros como: temperatura, porcentagem de adição de alumínio, tempo de síntese, atmosfera, substratos e outros. Estas mudanças podem ser convenientes para futuras sínteses através do método hidrotérmico assistido por micro-ondas, em busca da morfologia ideal para o composto desejado.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

PALOMARES, Emilio et al. Slow charge recombination in dye-sensitised solar cells (DSSC) using Al₂O₃ coated nanoporous TiO₂ films. **Chemical Communications**, n. 14, p. 1464-1465, 2002.

KO, Seung Hwan et al. Nanoforest of hydrothermally grown hierarchical ZnO nanowires for a high efficiency dye-sensitized solar cell. **Nano letters**, v. 11, n. 2, p. 666-671, 2011.

MALDONADO, Frank; STASHANS, Arvids. Al-doped ZnO: Electronic, electrical and structural properties. **Journal of Physics and Chemistry of Solids**, v. 71, n. 5, p. 784-787, 2010.

BARUAH, Sunandan; DUTTA, Joydeep. Hydrothermal growth of ZnO nanostructures. **Science and technology of advanced materials**, v. 10, n. 1, p. 013001, 2009.

CAGLAR, Mujdat et al. The effects of Al doping on the optical constants of ZnO thin films prepared by spray pyrolysis method. **Journal of Materials Science: Materials in Electronics**, v. 19, n. 8-9, p. 704-708, 2008.