

Propriedades morfológico-estruturais de TiO_2 e TiO_2 dopado com enxofre sintetizados por método sol-gel

Reginaldo da Silva Santos (PG)*, Claudia Longo (PQ). *rsantos@iqm.unicamp.br

Grupo de Fotoeletroquímica e Conversão de Energia, Inst. Química da UNICAMP. CP 6154, 13084-971, Campinas-SP.

Palavras Chave: TiO_2 , dopagem, sol-gel, óxido semiconductor.

Introdução

O óxido de titânio é um dos semicondutores mais utilizados para aplicações relacionadas à conversão de energia solar. Contudo, sua energia de banda proibida (*band gap*) corresponde a $E_{bg} = 3,2$ eV para a fase anatase e a fotoatividade é observada apenas para radiação UV com $\lambda < 380$ nm. A dopagem do TiO_2 com enxofre (S-TiO_2), permite reduzir o E_{bg} , tornando o material ativo na região visível do espectro solar.^[1] Visando obter um óxido que apresente maior aproveitamento da luz solar para aplicações em células solares e na descontaminação de água por fotocatalise heterogênea, investigaram-se as propriedades de TiO_2 e S-TiO_2 sintetizados pelo método sol-gel.

Resultados e Discussão

Suspensões dos óxidos foram obtidas a partir da hidrólise de soluções de isopropóxido de titânio (TIP) e acetilacetona (acac) em isopropanol. A coloração amarela desta solução indicou a formação do complexo acac-TIP, confirmada por análises de espectroscopia de absorção no infravermelho. Para hidrólise, adicionou-se água ou solução aquosa de tiouréia com razão molar S/Ti variando de 0,17 a 1 %. Após evaporação do solvente e tratamento térmico a 450 °C por 12 horas um pó branco de TiO_2 e S-TiO_2 de coloração amarelada foram obtidos.

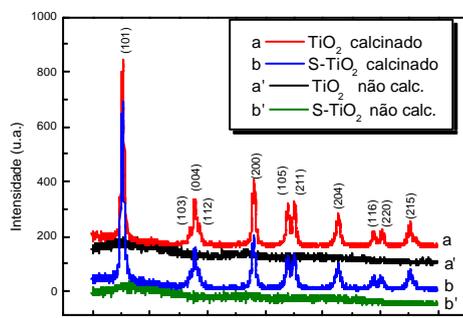


Figura 1. Difratogramas de raios-X para amostras de TiO_2 e S-TiO_2 antes (curvas a' e b') e após tratamento térmico a 450 °C (curvas a e b).

Análises por difração de raios-X revelaram que as amostras recém-preparadas eram amorfas (Fig. 1, curvas a' e b'). Após calcinação, apresentaram

estrutura cristalina de anatase (Fig.1, curvas a e b). O tamanho dos cristalitos estimado pela equação de Scherrer ($D = 0,9 \lambda / B \cos \theta$), para o pico (101)^[2] foi de 20 e 25 nm para TiO_2 e S-TiO_2 , respectivamente. Análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) revelaram morfologia similar para todas as amostras calcinadas. De modo geral, observaram-se partículas com 1 a 2 μm de diâmetro (Fig.2a), constituídas por aglomerados de partículas menores, com diâmetros de 20-50 nm (Fig.2b).

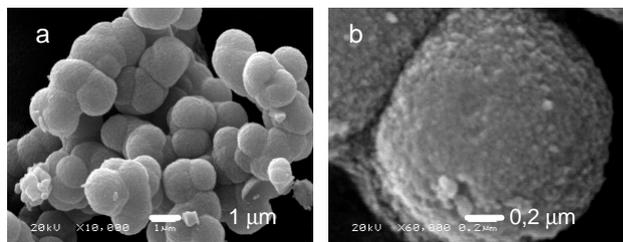


Figura 2. Imagens MEV de TiO_2 (a) e S-TiO_2 (b)

Para as amostras de S-TiO_2 obtidas após calcinação, a presença de enxofre foi identificada por análises de energia dispersiva de raios-X. Em prosseguimento a este trabalho, serão avaliadas as propriedades fotoeletroquímicas de filmes das amostras e sua possível aplicação em fotocatalise e em células para conversão de energia solar.

Conclusões

Amostras de TiO_2 e S-TiO_2 foram sintetizadas a partir de TIP, acac e tiouréia por método sol-gel. Após calcinação, obtiveram-se amostras com estrutura cristalina de anatase, constituídas por aglomerados com tamanho médio de 1 a 2 μm formados por pequenas partículas de c.a. 20-50 nm de diâmetro. As amostras apresentaram propriedades morfológico-estruturais muito similares, porém, a presença de enxofre foi detectada por análises de energia dispersiva de raios-X nas amostras de S-TiO_2 .

Agradecimentos

À CAPES, FAPESP e CNPq pelo apoio financeiro e Daniel Razzo pelas análises de MEV.

¹ Umebayashi, T. Yamaki, T.; Itoh, H. e Asai, K. *Appl. Phys. Lett.* **2002**, *51*, 454.

² Yun, H.; Li, J.; Chen, H. B. e Li, C. J. *Electrochim. Acta* **2007**, *311*, 514.