

Nanopartículas de ZnO: Síntese a partir da decomposição hidrotérmica de acetato de zinco e caracterização.

Carolina de M. Azevedo (IC), Herbert Winnischofer* (PQ).

*hwin@ufpr.br

Universidade Federal do Paraná, Setor de Ciências Exatas, Departamento de Química, Jd. Das Américas – Centro Politécnico, Curitiba – PR – Cep 81531-980.

Palavras Chave: Óxido de zinco, nanopartículas, wurtzita.

Introdução

As nanopartículas de semicondutores têm sido foco de vários estudos. Dentre os semicondutores, o óxido de zinco desperta interesse devido às propriedades fotoelétricas, piezoelétricas e estabilidade química, além de ter aplicações em dispositivos luminescentes, óptica não-linear, fotoeletroquímica e fotocatalise. Neste trabalho descrevemos a síntese de ZnO a partir da decomposição hidrotérmica de acetato de zinco. O material sintetizado foi caracterizado por espectroscopias UV-vis e Raman, DLS e difração de raios-X de pó.

Resultados e Discussão

O ZnO foi sintetizado a partir de 11 g de acetato de zinco, 0,4 g de hidróxido de potássio e 100 mL de metanol em refluxo por 48h. O sólido foi separado por centrifugação e lavado com etanol. Em seguida, o sólido foi congelado em freezer e liofilizado por 48h. A amostra foi dividida em duas frações. Em uma das frações foi repetido tratamento por meio de refluxo em 0,2 g de KOH e 50 mL de metanol. Por fim esse sólido foi separado e liofilizado.

Foram registrados curvas de DLS para amostras. As amostras possuem pelo menos duas distribuições, uma predominante (80%) com tamanho médio de 80 nm e uma segunda com tamanhos acima de 1 μm .

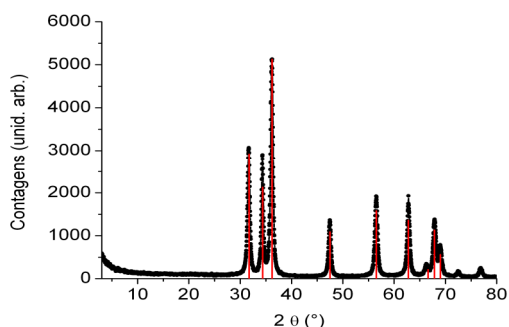


Figura 1. Difratograma de raios-X de pó ($\lambda = 1,54060\text{\AA}$) de NP de ZnO. Linhas em vermelho correspondem às reflexões esperadas para

estrutura hexagonal JCPDF: 891397^[2]. Diferentemente a amostra não liofilizada apresentou apenas partículas acima de 1 μm . As NP de ZnO exibiram espectros eletrônicos típicos de semicondutor com banda de absorção abaixo de 400nm. Por meio da transição pode-se obter o valor de energia de *band-gap* $E_{00} = 368\text{nm}$, equivalente a 3.37eV.

Foram registrados difratogramas de pó, os quais exibiram curvas (Fig. 1) típicas de ZnO, na forma hexagonal (wurtzita) pertencente ao grupo de espaço C_{6v}^4 . Os dados de DRX indicaram que as amostras são bastante cristalinas e estão livres de outras fases. As intensidades relativas não coincidem com o padrão, o que sugere uma possível orientação preferencial dos grânulos. A caracterização morfológica deverá dar mais subsídios.

Foram registrados espectros Raman com resolução espacial de 1 μm , obtidos com laser $\lambda = 514\text{ nm}$. Nos espectros foi observada luminescência característica e os principais picos vibracionais. Foi observado o pico esperado do modo E_2 da wurtzita em 437 cm^{-1} , e também, em algumas regiões, outro em 939 cm^{-1} . Este último, ausente na amostra submetida ao segundo refluxo em KOH, foi atribuído a um modo do acetato de zinco.

Conclusões

Nanopartículas de ZnO da ordem de 80 nm foram sintetizadas com êxito. Os resultados indicam que o processo de liofilização é crucial para gerar as NP, provavelmente devido ao encapsulamento do solvente na estrutura defeituosa do ZnO, que rompe a estrutura cristalina no resfriamento. Os resultados indicam que as amostras são bastante cristalinas e livres de outras fases. Experimentos de caracterização morfológica e de superfície estão em andamento, assim como ensaios de fotodegradação de corantes.

Agradecimentos

Ao Rodrigo V. Salvatierra e Aldo J.G. Zarbin pelo DLS. Ao CNPq pela bolsa IC (508258/2010-3) e financiamento de projetos do grupo.

¹ M. Yang, K. Sun, and N. A. Kotov, Journal of the American Chemical Society **132**:1860.

² Schulz, h., Thiemann, K. H., Solid State Commun, **1979** 32, 783.