

1. INTRODUÇÃO

Nos últimos tempos, materiais como os óxidos transparentes condutores tem ganhado destaque devido à sua alta transmitância óptica e baixa resistividade. O óxido mais utilizado para tal aplicação é o óxido de índio dopado com estanho (ITO), porém o custo de produção é alto, devido ao índio ser um metal pouco abundante. O óxido de zinco é um semiconductor do tipo “n” e possui, em temperatura ambiente, uma banda de condução de 3.37eV. Quando dopado com elementos como o gálio, ele pode ser considerado um excelente substituinte para o ITO. A síntese de óxido de zinco dopado com gálio pode ser realizada de diferentes formas, neste trabalho foram estudadas a síntese por coprecipitação e a síntese por *hot injection*. Apesar de ambas produzirem o mesmo produto, existem inúmeras diferenças em relação ao rendimento, qualidade e aplicação industrial. O objetivo geral deste trabalho é apresentar a comparação entre os dois métodos, para isso as amostras, na forma de pó, foram caracterizadas quanto as suas propriedades mineralógicas e térmicas.

2. OBJETIVO

- Análise e avaliação dos dois métodos de síntese para a obtenção de óxido zinco dopado com gálio.

3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Síntese por *Hot Injection*:

Em um frasco, a solução 1 composta por 6,4 ml de octadeceno e 6,6ml de oleilamina é aquecida em 100°C por 15 min sob borbulhamento de Argônio. Em outro frasco, a solução 2 é obtida a partir da dissolução de 0,05 mmol de Ga (Acac)₃ e 0,95mmol de Zn (Acac)₃ em 10 ml de xileno. Após a dissolução da solução 2, ela é adicionada à solução 1 e a mistura é aquecida a 300°C, sob agitação constante e borbulhamento de Ar, durante 30 min. Após o término da síntese, a solução foi centrifugada e lavada com Etanol e passou por um processo de secagem na estufa de 50°C.

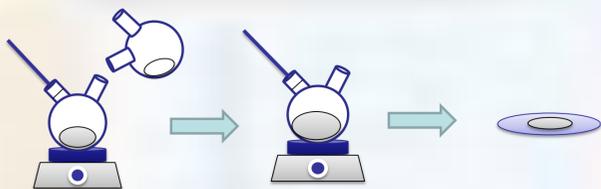


Figura 1 – Esquema representativo da síntese por *Hot Injection*.

Síntese por Coprecipitação:

Dissolver em um béquer 2,975g de Zn (NO₃)₂·6H₂O e 0,0183g de Ga (Acac)₃ (proporção molar Zn/Ga de 0.5%) em 20 ml de água destilada, separadamente. Juntar as duas soluções e adicionar 0,25g de CO (NH₂)₂ já dissolvidos em 20 ml de água destilada. A reação ocorre em pH=8, para isso, ele é ajustado com NH₄OH (27%). A mistura deve ser agitada e aquecida a 100°C durante 3h. Após o tempo de síntese, a amostra foi filtrada e colocada na estufa de 50°. Após esse processo, também foi realizado um tratamento térmico a 500°C, durante 1h, para a eliminação de resíduos orgânicos.



Figura 2 – Esquema representativo da síntese por Coprecipitação.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A caracterização foi feita por meio de análises morfológica (MEV), química e de fases (Raman e DRX) e quantitativa (TGA).

A análise morfológica, realizada por MEV, no aumento de 500x mostrou a formação de partículas menores na síntese por Coprecipitação do que na síntese por *Hot Injection*.

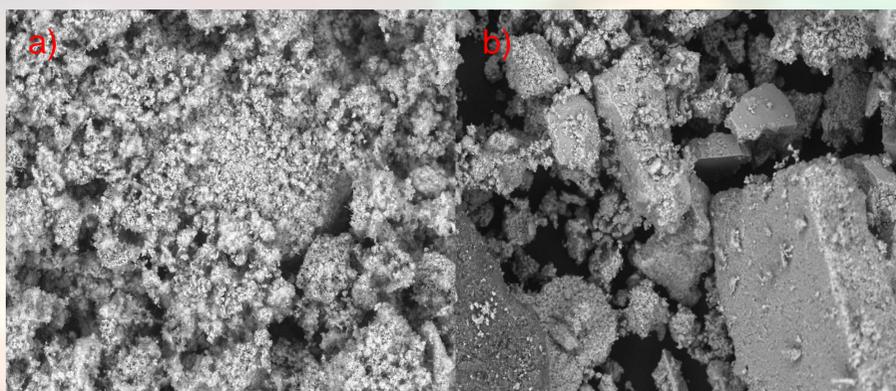


Figura 3 – Imagens de MET da amostra sintetizada por Coprecipitação (a) e por *Hot Injection* (b).

Na análise realizada por difração de raios-x (DRX), foi possível perceber que a amostra sintetizada por *Hot Injection* possuía uma cristalinidade muito baixa, já a amostra sintetizada por Coprecipitação apresenta picos mais intensos e com menor alargamento na base, confirmando a existência de uma estrutura cristalina.

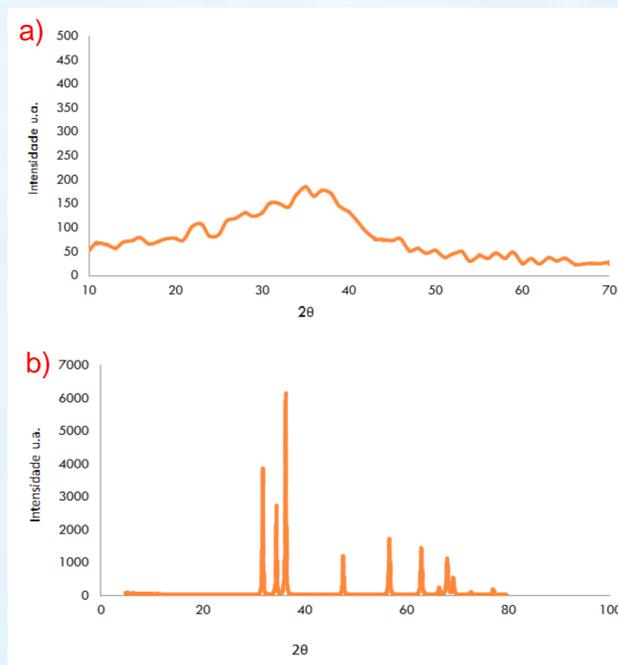


Figura 4 - Difratogramas da amostra sintetizada por *Hot Injection* (a) e da amostra sintetizada por Coprecipitação (b).

A análise por Raman foi utilizada para a identificação apenas do óxido de zinco que possui um pico característico e foi identificado nas duas amostras, tendo em vista que a proporção de gálio é muito pequena e sua identificação seria mais complexa.

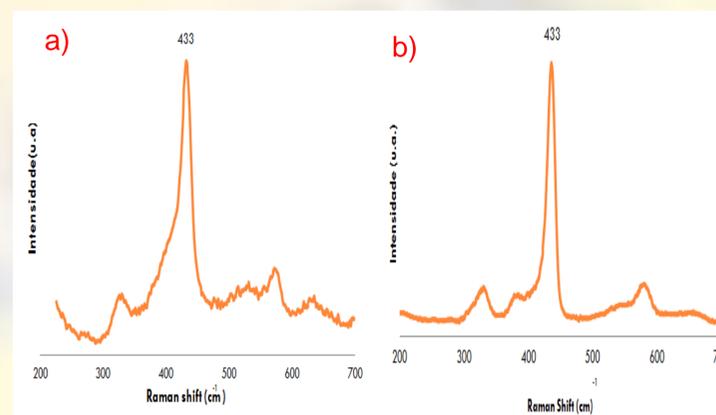


Figura 5 - Espectros de Raman da amostra sintetizada por *Hot Injection* (a) e da amostra sintetizada por Coprecipitação (b).

A análise termogravimétrica mostrou diferenças na composição das duas amostras, enquanto na amostra por *Hot Injection*, a maior perda percentual de massa acontece até a temperatura de 500°C, onde a maior parte dos compostos de carbono são queimados. Já a amostra sintetizada pelo outro método, apresenta a maior perda percentual de massa na faixa de 100 a 300°C, indicando a provável evaporação de água. Hipóteses que são confirmadas já que na primeira síntese é provável que exista maior aderência dos compostos de carbono na amostra e na segunda, também é provável a existência de moléculas de água aderidas na superfície do óxido.

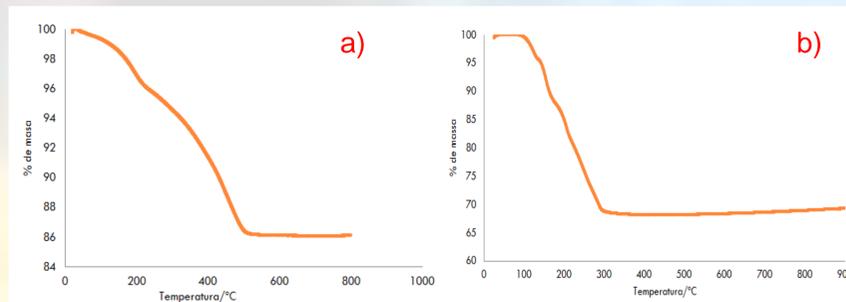


Figura 5 - Termogramas da amostra sintetizada por *Hot Injection* (a) e da amostra sintetizada por Coprecipitação (b).

5. CONCLUSÕES

Neste trabalho, foi possível concluir que a síntese por Coprecipitação forma compostos com maior cristalinidade, partículas menores e com menos impurezas. Em relação ao rendimento por síntese, o método de Coprecipitação também se mostrou mais eficiente, além de ser um método mais simples, que utiliza reagentes de menor custo, de fácil execução e tem maior possibilidade de aplicação industrial, apesar do tempo de duração da síntese ser um pouco maior.

6. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o suporte da UFRGS.