

SINTEZA SI CARACTERIZAREA NANOCRISTALELOR DE TiO₂ PRIN METODELE SOL-GEL SI HIDROTERMAL

Carmen LAZAU¹, Corina ORHA¹, Cornelia RATIU¹, Paula SFIRLOAGA¹, Paulina VLAZAN¹, Paul BARVINSCHI², Anamaria DABICI, Ioan GROZESCU¹

¹ Institutul National de Cercetare-Dezvoltare pentru Electrochimie si Materie Condensata Timisoara, Departamentul de Materie Condensata

² Universitatea de Vest din Timisoara

**A 8-a editie a Seminarului National de Nanostiinta si Nanotehnologie
Bucuresti**

REZUMAT

Nanomaterialele ofera o arie extrem de larga de aplicatii practice, cu mari perspective in ceea ce priveste diversificarea sau cresterea performantelor tehnice ale dispozitivelor. In acelasi timp au aparut noi probleme teoretice, tehnologice si aplicative legate de proiectarea proceselor de sinteza a acestora deoarece, fiecare aplicatie reclama o serie de caracteristici morfo-structurale bine precizate ale materialului la scara nanometrica. De aici si necesitatea dezvoltarii si dobandirii de cunostinte avansate in elaborarea unor metode adecvate de sinteza, care sa faciliteze un control riguros al dimensiunilor, structurii si proprietatilor acestora.

Se manifesta un mare interes pentru obtinerea de nanomateriale in general si de nanomateriale pe baza de oxizi semiconductori in special, datorita diversitatii aplicatiilor. Dintre oxizii semiconductori, dioxidul de titan (TiO_2) este cel mai important material, fiind studiat foarte mult in ultimii ani si imbunatatit in cateva variante, una dintre acestea fiind doparea cu diverse elemente chimice (ioni metalici, nemetalici, sau alti oxizi) urmarindu-se :

(a) influentarea proceselor ce intervin in dinamica mecanismelor cuantice (generarea, deplasarea, recombinarea purtatorilor de sarcina – stimuland participarea acestora la crearea mediului chimic reactiv)

(b) extinderea spectrului radiatiei activatoare spre domeniul vizibil, facand posibila activarea mai eficienta a materialului la lumina solara.

CONSIDERATII GENERALE ASUPRA NANOCRISTALELOR DE DIOXID DE TITAN

- Stabilitate chimica foarte buna
- Filmele subtiri sunt transparente
- Netoxicitate
- Bioactiv
- Costuri scazute de obtinere
- Posibilitatea regenerarii materialelor

Dioxidul de titan (TiO_2):

- anatas –forma metastabila
- rutil
- brookit

}] forma stabila

Metode de sinteza:

- precipitare
- solvotermală
- sol-gel**
- microemulsie
- combustie
- hidrotermală**
- electrochimica

METODE EXPERIMENTALE DE OBTINERE

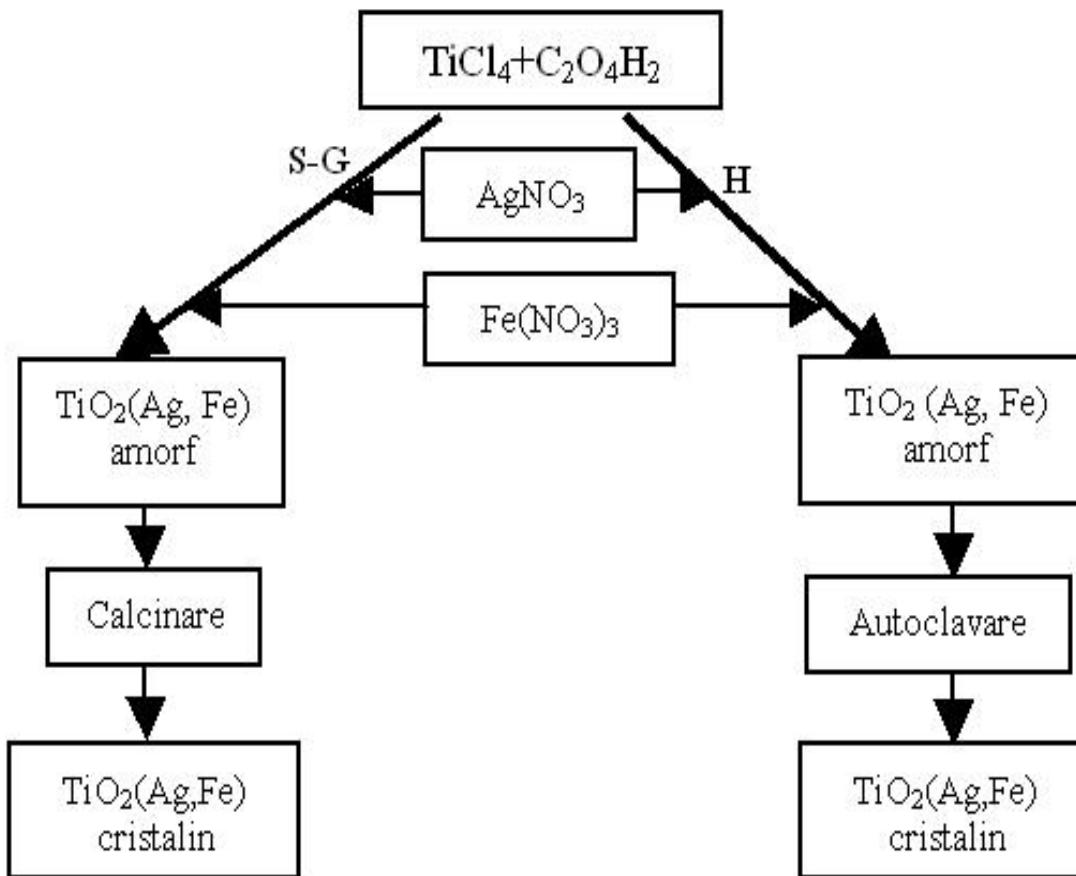
Precursorii utilizati la obtinerea nanocristalelor de TiO_2 sunt:

- ✓ Tetraclorura de titan(TiCl_4)
 - ✓ Acid oxalic ($\text{C}_2\text{O}_4\text{H}_2$) – pentru sinteza TiO_2 pur,
 - ✓ Azotat de fier ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$)
 - ✓ Azotat de argint (AgNO_3)
- } Precursori pentru doparea TiO_2

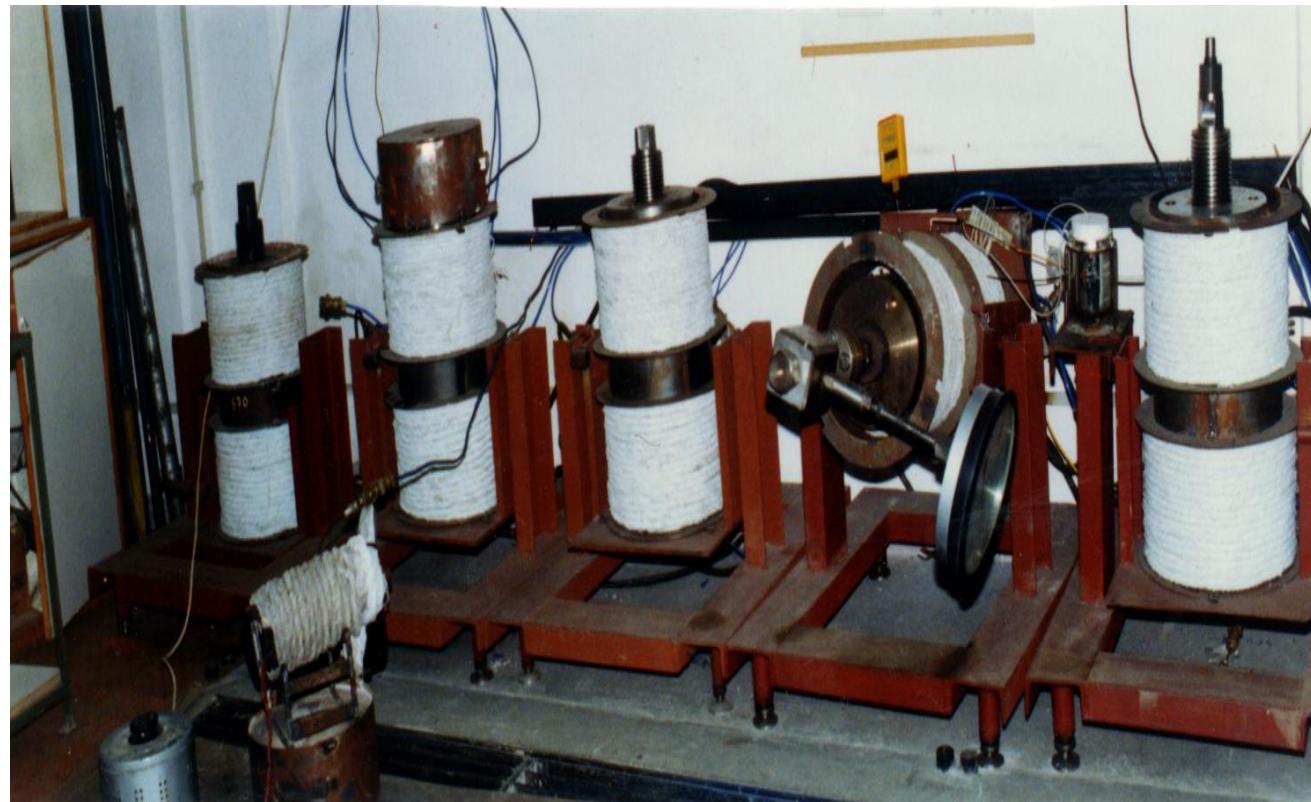
Metodele de sinteza a nanocristalelor de TiO_2 utilizeze de noi sunt:

- ✓ Metoda sol-gel (S-G)
- ✓ Metoda hidrotermala (H)

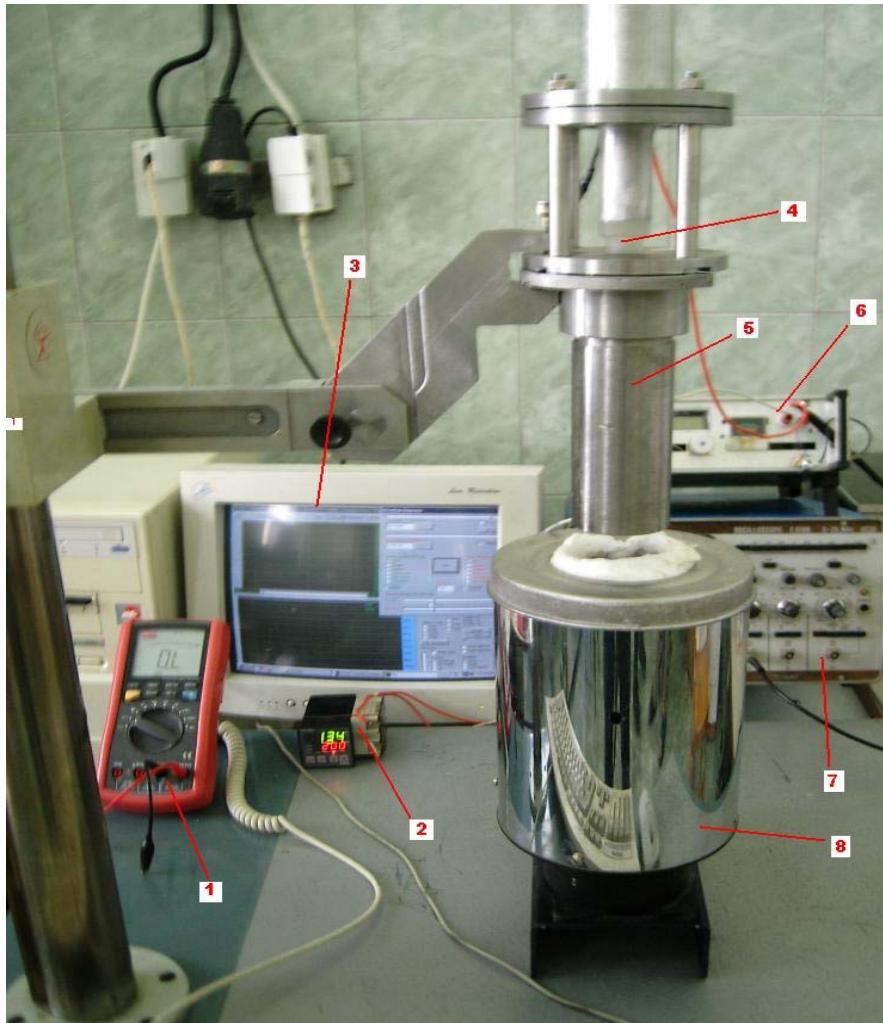
Schema procesului de sinteza a nanocristalelor de TiO_2 prin metodele sol-gel si hidrotermala



Baterie de autoclave de laborator, cu sistemele de comanda și control a parametrilor

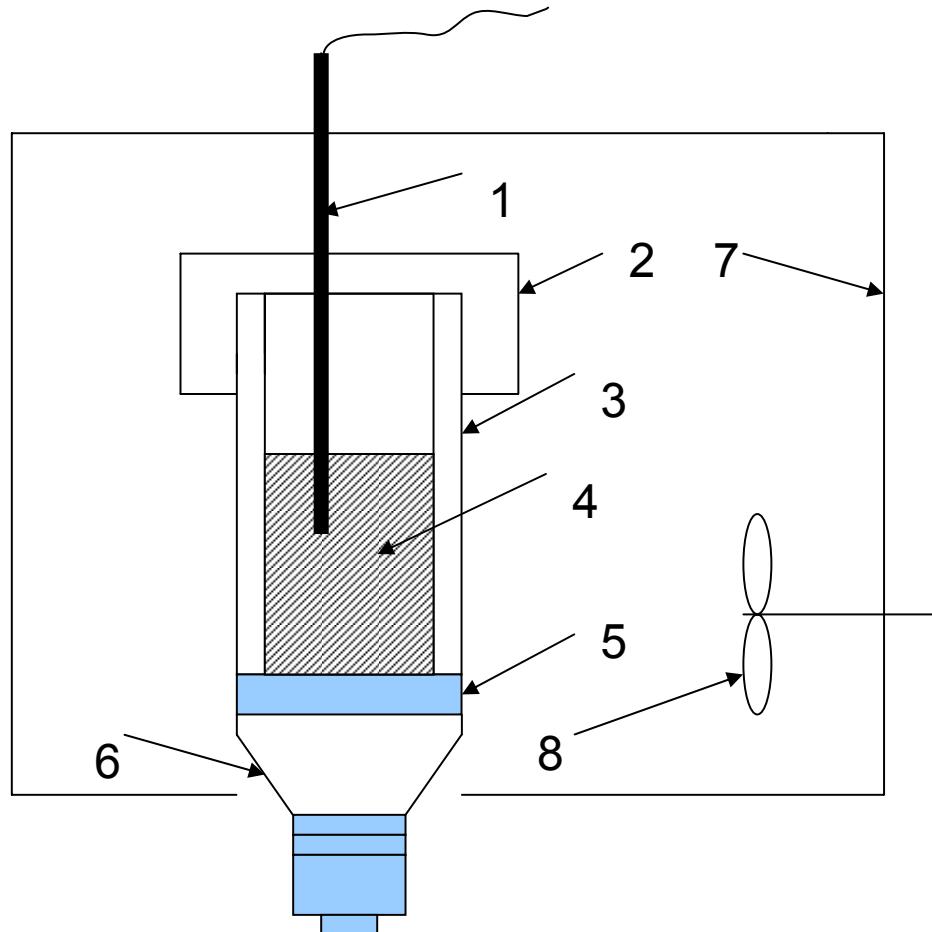


Sinteza hidrotermala in camp ultrasonor



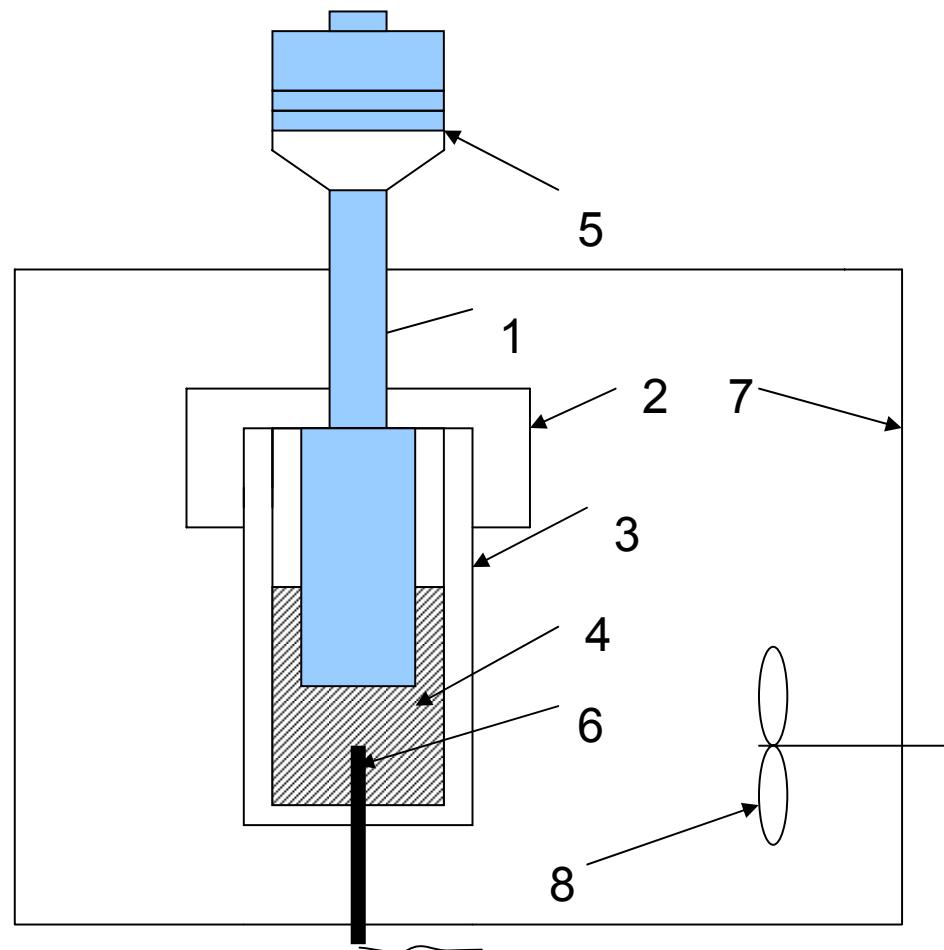
**A 8-a editie a Seminarului National de Nanostiinta si Nanotehnologie
Bucuresti**

INSTALATIE DE SINTEZA A MATERIALELOR NANOCRISTALINE PRIN METODA HIDROTERMALA ASISTATA ULTRAACUSTIC COMBINATA CU INCALZIREA IN CAMP DE MICROUNDE [1]



- 1 Termocupla
- 2 Capac autoclava
- 3 Autoclava din teflon
- 4 Solutia de cristalizare
- 5 Fundul autoclavei
- 6 Ansamblu traductor piezoceramic – sonotroda
- 7 Peretii (metalici) ai cuptorului cu microunde
8. Paleta «amestecatoare»

INSTALATIE DE SINTEZA A MATERIALELOR NANOCRISTALINE PRIN METODA HIDROTERMALA ASISTATA ULTRAACUSTIC COMBINATA CU INCALZIREA IN CAMP DE MICROUNDE [2]



1. Sonotroda imersata (de tip cilindric in trepte),
2. Capac superior autoclava,
3. Corp autoclava (teflon),
4. solutie de crestere,
5. Ansamblu traductor piezoceramic -concentrator de ultrasunete,
6. Termocupla,
7. Peretii cuptorului cu microunde,
8. Paleta « amestecatoare »

REZULTATE SI DISCUTII

1) Analiza prin *DIFRACTIE DE RAZE X*

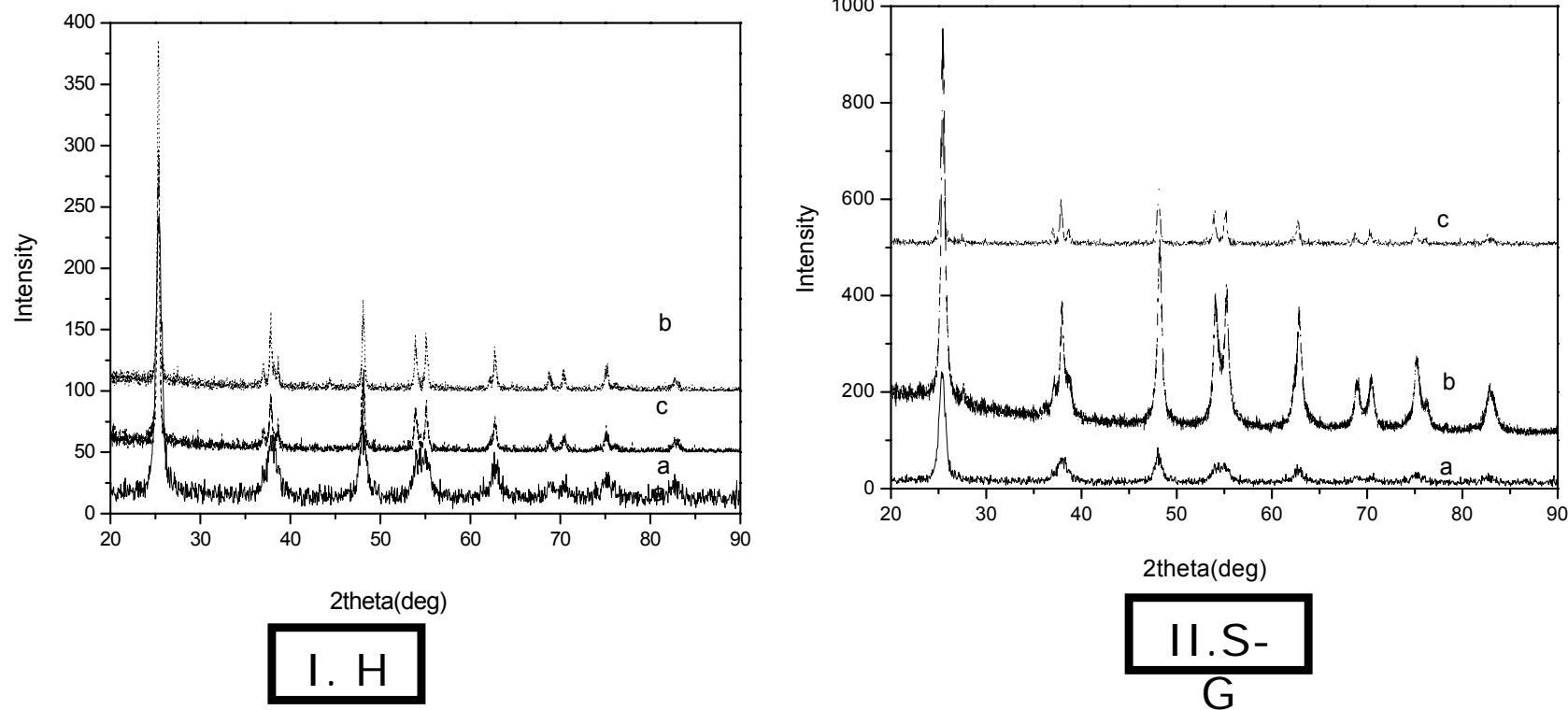
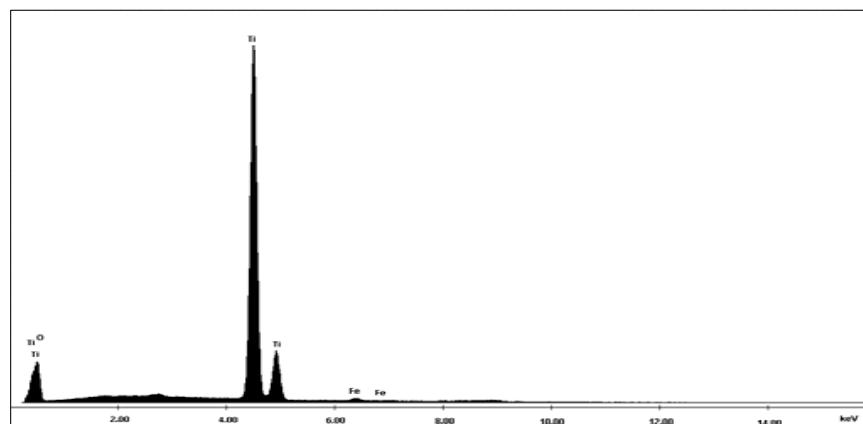
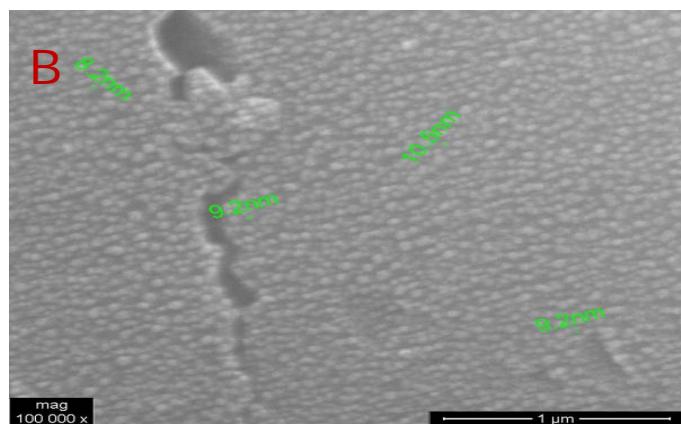
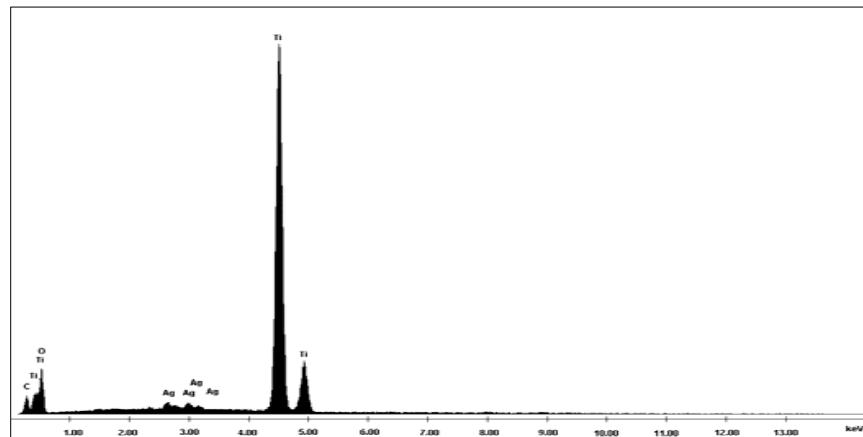
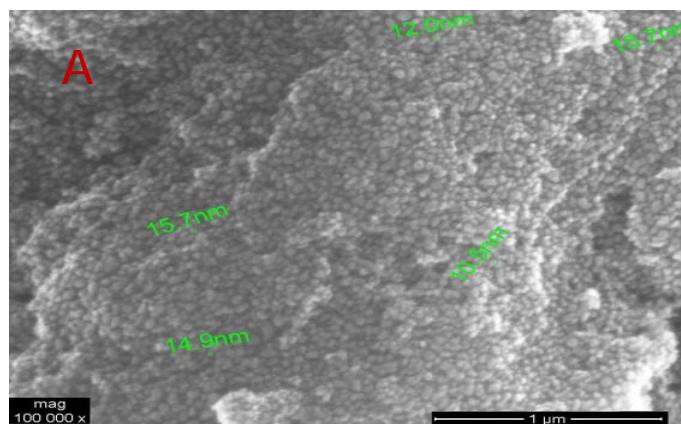


Fig.2. Spectre de difractie cu raze X pentru: I. H si II. S-G
a) TiO_2 nedopat; b) $\text{TiO}_2\text{-Fe}$; c) $\text{TiO}_2\text{-Ag}$

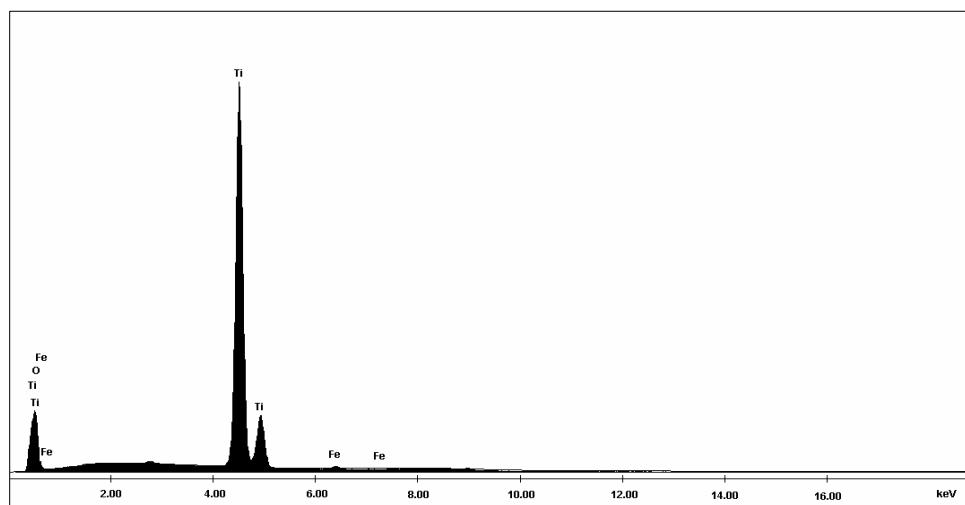
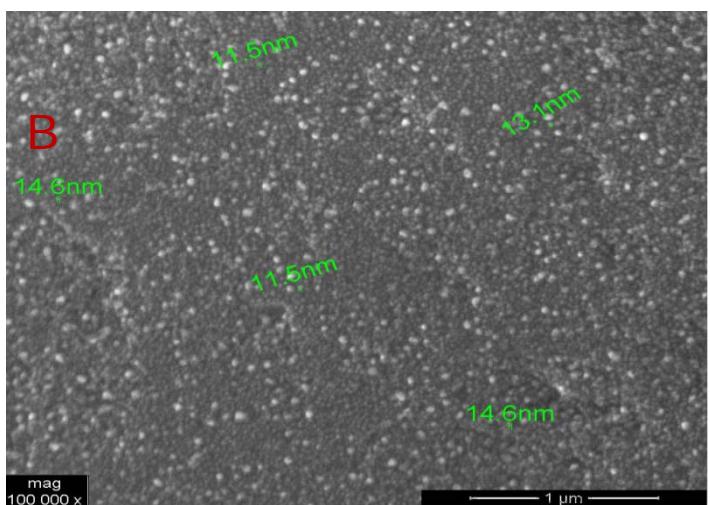
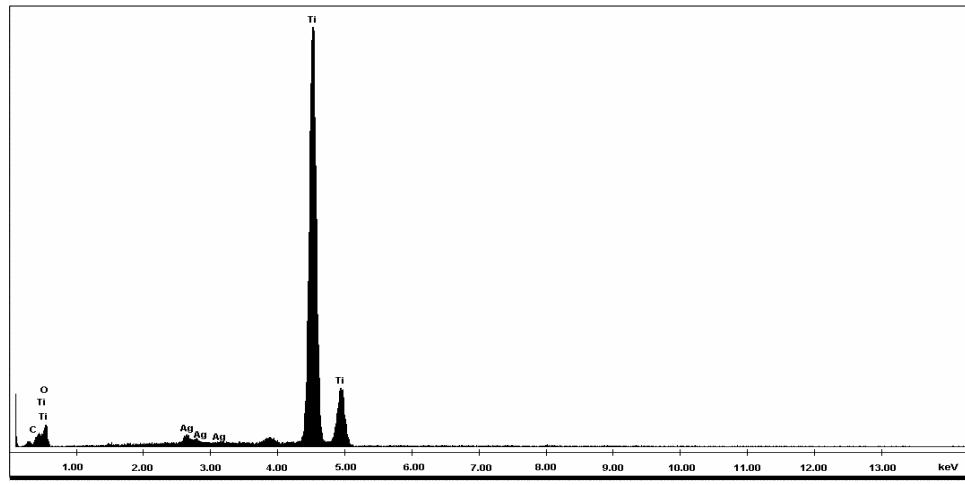
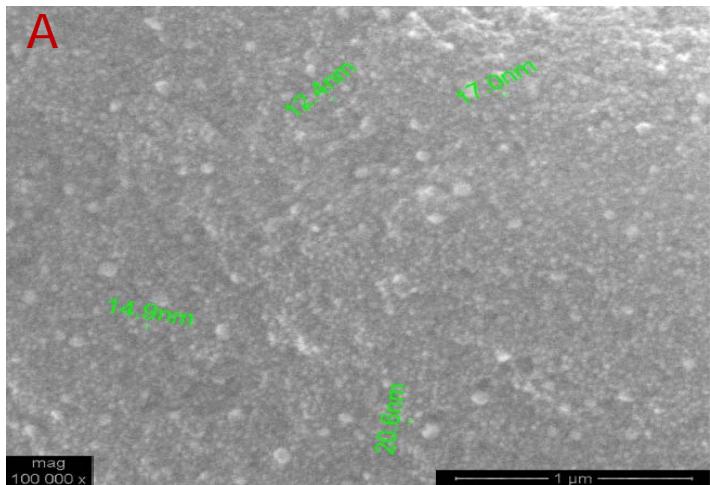
2) Microscopie electronica SEM

EDAX



Morfologia (SEM) si spectrul EDAX pentru: A) $\text{TiO}_2\text{-Ag}$ si B) $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ obtinute prin metoda hidrotermala

*A 8-a editie a Seminarului National de Nanostiinta si Nanotehnologie
Bucuresti*



Morfologia (SEM) si spectrul EDAX pentru: A) $\text{TiO}_2\text{-Ag}$ si B) $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ obtinute prin metoda sol-gel

CONCLUZII

- ✓ S-au obtinut nanocristale de TiO_2 dopat cu ioni de Fe si Ag prin metoda sol-gel si hidrotermala;
- ✓ Spectrele de difractie de raze X confirma cristalizarea dioxidului de titan in forma anatas, atat pentru nanocristalele obtinute prin metoda sol-gel cat si pentru cele obtinute prin metoda hidrotermala;
- ✓ Dopanti (Ag si Fe) nu au prezentat peak-uri separate in spectrele de difractie de raze X, ceea ce demonstreaza ca acestia au fost distribuiti uniform in reteaua cristalina a dioxidului de titan;
- ✓ in urma analizei morfologice si structurale realizate prin microscopia electronica (SEM) s-a observat forma sferica a particulelor de TiO_2 , cu dimensiuni cuprinse intre 10-20nm.
- ✓ Analiza EDAX a fost realizata pentru confirmarea prezentei dopantilor in structura dioxidului de titan.

*A 8-a editie a Seminarului National de Nanostiinta si Nanotehnologie
Bucuresti*

❖ DOMENII DE APLICATII ALE NANOCRISTALELOR DE DIOXID DE TITAN:

○ SANATATE:

- EFECTE ANTICANCERIGENE
- STIMULATORI AI SISTEMULUI IMUNITAR
- STRESPROTECTORI

○ PROTECTIA MEDIULUI:

- PURIFICAREA AERULUI
- TRATAREA APELOR PENTRU POTABILIZARE

- **INDUSTRIA CONSTRUCTIEI DE AUTOTURISME**

- ANTIFUNGIC
- ANTIBACTERIAN
- AUTOCURATARE

- **INDUSTRIA STICLEI:**

- GEAMURI CU AUTOCURATARE

- **INDUSTRIA VOPSELELOR**

- **APARATURA DE DETECTIE:**

- SENZORI SI BIOSENZORI

1. C. Lazau, L. Mocanu, I. Miron, P. Sfirloaga, G. Tanasie, C. Tatu, A. Gruia, **I. Grozescu**, “Considerations regarding the use of TiO_2 doped nanoparticles in medicine”, *Digest Journal of Nanomaterials and Biostrucutures*, Vol.2, No.3, 257-263, 2007.
2. Carmen Lazau, Liviu Mocanu, Paulina Vlazan, Iasmina Miron, Corina Misca, David Hui, **Ioan Grozescu** “Bactericidal effect of TiO_2 nanocrystals doped with Fe^{3+} ”, *Fifteenth Annual International Conference on Composites/Nano Engineering, ICCE- 15*, 2007, in Haikou, Hainan Island, China.
3. Ratiu C., Orha C., Lazau C., Sfirloaga P., Ioitescu A, Manea F., Grozescu A, Barvinschi P., Vlazan P, **Grozescu I.**, "Synthesis and characterization of zeolite materials functionalized with undoped and N- doped TiO_2 nanocrystals ", Moldavian Journal of the Physical Sciences, 2009, *in press*.
4. Lazau C., Ratiu C., Sfirloaga P., Ioitescu A., Miron I., Vlazan P., Orha C., Grozescu A., Manea F., Barvinschi P., **Grozescu I.**, „Synthesis and characaterization of zeolite materials functionalized with undoped and Ag-doped TiO_2 nanocrystals”, *Journal of optoelectronics and advanced materials - symposia*, vol. 1, no. 1, 2009, p. 12 – 16.
5. Ratiu Cornelia , Lazau Carmen , Sfirloaga Paula , Orha Corina , Sonea Daniela , Novaconi Stefan , Manea Florica , Burtica Georgeta , **Grozescu Ioan**, “Decontaminate effect of the functionalized materials with undoped and doped (Ag) TiO_2 nanocrystals”, *Environmental Engineering and Management Journal* , *in press*.
6. Carmen Lazău, Paula Sfirloagă, Cornelia Rațiu, Corina Orha, Alexandra Ioitescu, Iasmina Miron, Ştefan Novaconi, Daniel I. Hădărugă, Nicoleta G. Hădărugă, Geza N. Bandur, Gerlinde Rusu, **Ioan Grozescu**, “Synthesis of bioactive materials based on undoped/doped TiO_2 and their nanocrystals with α - / β –cyclodextrins”, *Digest Journal of Nanomaterials and Biostrucutures*, *in press*, 2009.

VA MULTUMESC!

Date de contact:

grozescu@icmct.uvt.ro

L_carmen@icmct.uvt.ro