

## Fisa tehnica produs/reteta obtinere

**Denumire:** Reteta obtinere nanostructuri tip oxid magnetic diluat ( $ZnO$  sau  $TiO_2$ ) si caracteristici

**Scurta descriere:** Materialul de tip oxizi magnetici diluati prezinta aplicatii de senzori magnetici, in special prin decorare cu nanoincluziuni magnetice.

**Metode de obtinere:** Metoda hidrotermala se enumera printre cele mai simple si este folosita frecvent in cadrul INCDFM pentru prepararea nanoparticulelor de  $ZnO$ . Morfologia pulberii de  $ZnO$  pur (nedopat) obtinuta prin metoda hidrotermala este caracteristica aglomerarilor de cristale aciculare, morfologie neconvenabila decorarii cu nanoparticule magnetice. In metoda hidrotermala se folosesc temperaturi joase,  $200^\circ C$ , ceeace presupune o eventuala instabilitate in procesul de decorare cu particule magnetice.

Sinteza pulberii de  $ZnO$  prin descompunerea termica a propionatului de Zn s-a dovedit mai potrivita decorarii ulterioare. Intai a fost obtinut propionatul de Zn ( $C_6H_{10}O_4Zn$ ) prin dizolvarea acetatului de Zn ( $[Zn(OOCCHH_3)_2 \cdot 2H_2O]$  (ACS grade, assay percent range: 98 – 101.0%, Alfa Aesar)) in acid propionic ( $(CH_3CH_2COOH)$  (puritate >99%, Merck). Masuratorile TG/DSC arata ca la incalzire propionatul de Zn urmeaza trei etape de descompunere. In prima etapa,  $25^\circ C - 217^\circ C$ , are loc procesul de deshidratare a propionatului de Zn insotit de o pierdere in masa inregistrata la  $100^\circ C$  in TG si de un maxim endotermic in DSC. In a doua etapa are loc procesul de topire a  $C_6H_{10}O_4Zn$  caracterizat de un maxim endotermic in DSC la aproximativ  $217^\circ C$ . Cu cresterea in continuare a temperaturii se observa un effect exothermic complex de intensitate mare in intervalul  $280^\circ C - 335^\circ C$  insotit de o pierdere semnificativa in masa. La  $350^\circ C$  nu se mai observa efecte importante in DSC/TG (s-a descompus propionatul de Zn si s-a format  $ZnO$ ). In consecinta s-a ales temperatura de  $400^\circ C$  pentru tratamentul termic final. Au fost folosite doua metode de sinteza a nanoparticulelor de  $ZnO$ : in metoda 1 (pulberea  $ZnO$ -1) s-a folosit o concentratie mai mica a solutiei si o viteza mai mare de incalzire in intervalul  $200^\circ C - 400^\circ C$  fata de metoda 2 (pulberea  $ZnO$ -2). Pulberea obtinuta prin descompunerea termica a propionatului de Zn a fost tratata termic timp de aproximativ 20 min la  $400^\circ C$  (temperatura maxima la care se mai poate obtine dimensiunea de particula sub 30 nm (Fig.1)

### Principale caracteristici ale pulberilor de $ZnO$ obtinute prin decompunere termica:

- structura de tip wurtzit a  $ZnO$  pentru pulberile  $ZnO$ -1 si  $ZnO$ -2 (din masuratori XRD).
- pentru ambele pulberi releva o banda in intervalul  $500 - 600\text{ cm}^{-1}$  atribuita modului de vibratie Zn - O a oxidului de zinc (din spectrul FTIR).
- dimensiunea de cristalit (determinata din XRD) este de 20 nm pentru  $ZnO$ -1 si 29 nm pentru  $ZnO$ -2.
- morfologie sferoidalala a particulelor, separate sau formand aglomerari (vezi Fig. 1b) avand dimensiunea medie de 20 nm, apropiata de dimensiunea de cristalit determinata din XRD.

**Potentiale aplicatii:** photocataliza si precursori senzori magnetici

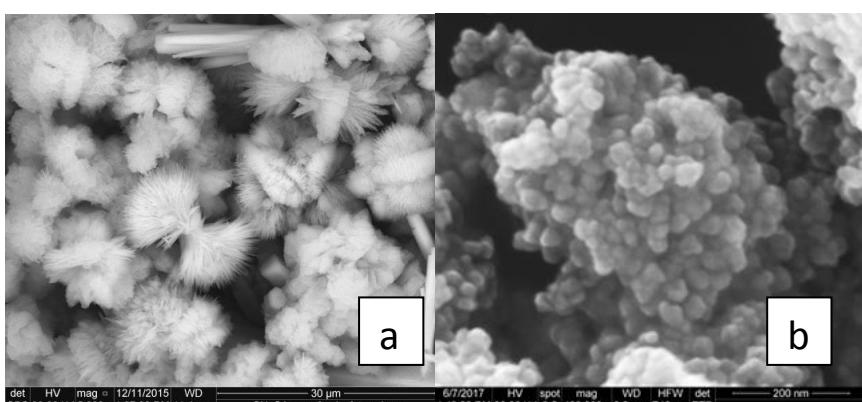


Fig. 1 Imagini SEM: (a) Pulbere obtinuta prin metoda hidrotermala, (b) Pulbere obtinuta prin descompunerea termica a propionatului de Zn.