

## Respuesta foto-luminiscente DEL $\text{TiO}_2:\text{Eu}^{3+}$ , SINTETIZADO mediante irradiación de microondas

Laura Nadxieli Palacios-Grijalva<sup>a,b,\*</sup>, Anatolio Martínez Jiménez<sup>a</sup>, Alfredo Garrido-Torta<sup>a</sup>, Verónica Estrella Suárez<sup>b</sup>.

<sup>a</sup>Universidad Autónoma Metropolitana Azcapotzalco, DCBI-Ciencias Básicas, Área de Física Atómica Molecular Aplicada. San Pablo 180, D.F. 02200 MEXICO.

<sup>b</sup>Instituto Tecnológico de Tlalnepantla, Departamento de Ciencias Básicas, Av. Instituto Tecnológico s/n, Tlalnepantla, Estado de México, 54070 MEXICO.

\*E-mail: nadxielipg@hotmail.com

Recibido 30 Agosto, 2013, Aceptado 12 Septiembre 2013

### Resumen

Se llevó a cabo la síntesis de óxido de titanio dopado con 0.5% de europio ( $\text{TiO}_2:\text{Eu}^{3+}$ ) por el método de sol gel con un tratamiento de irradiación de microondas, se logró la formación de la estructura anatasa en menor tiempo comparado con el método tradicional, el cual se realizó con una calcinación de 300 y 500 °C durante 2 horas. La incorporación de iones de tierras raras permitió observar la respuesta luminiscente al excitar en la región de UV para dar lugar a emisiones en la región del visible.

**Palabras clave:**  $\text{TiO}_2$ , TTIP, Europio, sol gel, microondas.

### Abstract.

The synthesis of titanium oxide doped with 0.5% of europium ( $\text{TiO}_2:\text{Eu}^{3+}$ ) was carried out by the method of sol gel treatment microwave irradiation, was achieved the formation of anatase structure in less time compared to the method traditional which calcining was performed with a 300 and 500 °C for 2 hours. The incorporation of rare earth ions observed allowed to excite the luminescent response in the UV region to give emission in the visible region.

**Keywords:**  $\text{TiO}_2$ , TTIP, Europium, sol gel, microwave.

### 1. Introducción

El óxido de titanio es un material útil que ha sido utilizado ampliamente en aplicaciones tecnológicas como pigmento, protectores solares, pinturas, etc., por lo tanto debe ser producido de tal forma que sea rentable. Una buena opción a considerar es el método de síntesis sol-gel [1] ya que no requiere de instrumentación sofisticada ni de condiciones especiales, alguna variante a esté implica el uso de microondas [2], tratamiento eficiente en la síntesis de materiales mesoporosos [3] y en sólidos inorgánicos [4], ya que permite procesos limpios, rápidos y económicos. La utilización de microondas permite un calentamiento uniforme [5], lo cual se ha aprovechado en la obtención de  $\text{TiO}_2$ , dando origen a la formación de nanoestructuras con forma de alambres [6] encapsulados o capas. La fuerte interacción entre las microondas con las moléculas, da lugar a un uso eficiente de la energía y asegura la reacción de los componentes [7] sin embargo la aplicación de microondas requiere el empleo de suspensiones para una mejor respuesta ante la irradiación, por consiguiente la combinación del método sol gel y la utilización de microondas, presenta grandes ventajas en virtud de que la fase gel favorece dicha interacción. Por

otro lado, la presencia de tierras raras en diversos soportes ha mostrado un efecto positivo sobre su respuesta luminiscente, lo cual puede ser explicado en función de la participación de fenómenos como transferencia de energía [8], relajación cruzada, conversión ascendente y conversión descendente, donde estos dos últimos están asociados con la participación de dos o más fotones.

### 2. Parte experimental

Se sintetizó  $\text{TiO}_2:\text{Eu}$  al 0.5% a partir de  $\text{EuCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  e isopropóxido de titanio (TTIP), los cuales se disolvieron en etanol (ETOH), esta solución se mantuvo en agitación por 15 min, luego de los cuales se añadió HCl como catalizador, y finalmente se agregó  $\text{H}_2\text{O}$  como agente gelante, se mantuvo en agitación por un periodo de 15 min. El gel sintetizado fue sometido a 3 tratamientos distintos, con el fin de observar su efecto sobre la morfología del material final. El primer tratamiento consistió en un secado de 24 hrs. a 60 °C y calcinación a 300 y 500 °C por 2 hrs en atmósfera de aire y con rampa de calentamiento de 5 °C/min. La segunda metodología parte del gel obtenido al cual se le aplicó irradiación de microondas con tiempo de exposición de 60 min, y temperatura de 150 °C, el cual se filtró y secó a 60 °C por

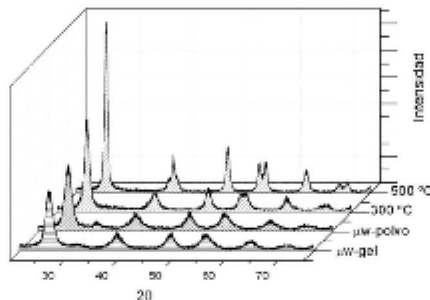


24 hrs. El último proceso parte del gel previamente secado a 60 °C por 24 hrs. al cual se le agregó ETOH y se sometió a irradiación de microondas bajo las mismas condiciones.

La estructura cristalina se analizó por difracción de rayos X (DRX) en un equipo Philips modelo X'pert MPD con tubo de Cu y  $K\alpha$  de 1.5045 Å. La morfología se estudió con un microscopio de sonda de barrido (SPM) Digital Instruments con controlador NanoScope IIIa, empleando Microscopía de Fuerza Atómica (AFM) mientras que para observar la respuesta fotoluminiscente se empleó un espectrofluorímetro Cary Eclipse de Varian Inc.

### 3. Resultados y Discusión

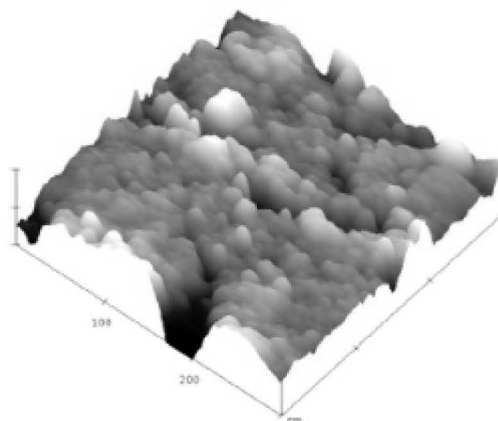
La Figura 1 corresponde a los patrones de difracción de rayos X de las muestras sintetizadas por el método de sol gel con los 3 tratamientos previamente descritos. En todas ellas, se observó la fase anatasa, siendo la de mayor cristalinidad la calcinada a 500 °C (Tra) y después la de 300 °C, esta última se comparó con 2 muestras por tratamiento con microondas previamente descritos y se observó cierta similitud a menor tiempo y temperatura de 150 °C.



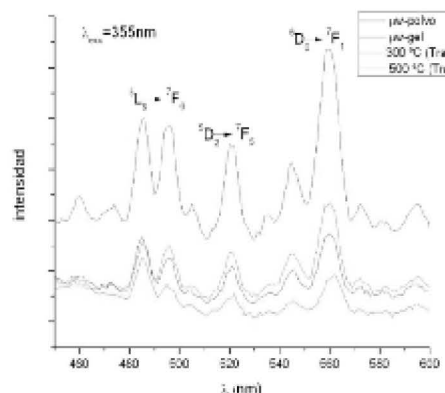
**Figura 1.** Difracción de rayos X para muestras sintetizadas por el método tradicional y de microondas.

La incorporación del Eu a la matriz de  $\text{TiO}_2$  se realizó en una concentración de 0.5% del peso total, en la figura 2 se observa la micrografía de la muestra calcinada a 150 °C por 60 min en forma de gel con una morfología tipo granular o esférica.

En la figura 3, se encuentra el espectro de emisión generado al excitar en la longitud de onda de 310 nm dando lugar a transiciones electrónicas produciendo emisiones pertenecientes al visible entre los niveles  $D_2$  (480nm, azul) y  $F_5$  (520nm, verde).



**Figura 2.** Micrografía del  $\text{TiO}_2:\text{Eu}$ , calcinado a 150 °C, por 60 min, con microondas (gel).



**Figura 3.** Espectro de emisión para una longitud de 355nm, para los diferentes métodos.

### 4. Conclusiones

La formación de la fase anatasa entre los dos tipos de variantes, gel y polvo mostró ligeras diferencias al someterla a la irradiación de microondas, además se disminuyó la temperatura de calcinación y el tiempo para obtener está, comparando con el método tradicional.

La DRX mostró que a una temperatura de 300 °C la fase anatasa no es muy cristalina comparada con la de 500 °C, siendo esta última la que genera mejor respuesta luminiscente otorgada por la adición de iones europio, además que al excitar en regiones de longitud de onda, perteneciente al UV, se observó la emisión en la región del visible, siendo un material útil para el uso en aplicaciones en celdas solares.

## 5. Agradecimientos

Los autores agradecen a M. Maubert del área de Química de Materiales (UAM-Azc) por la obtención de los DRX.

## 6. Referencias

1. Arconada, N.; Durán, A.; Suárez, S.; Portela, R.; Coronado, J.M.; Sánchez, B.; Castro, Y. *Appl. Catalysis B: Environ.* **2009**, *86*, 1-7.
2. Di Claudio, D.; Phani, A.R.; Santucci, S. *Opt. Mater.* **2007**, *30*, 279-284.
3. Khan, M.A.; Akhtar, M.S.; Yang, O-B. *Sol. Energy.* **2010**, *84*, 2195-2201.
4. Rao, K.J.; Vaidhyanathan, B.; Ganguli, M.; Ramakrishnan, P.A.; *Chem. Mater.* **1999**, *11*, 882-895.
5. Cao, Y.; Wei, H.; Xia, Z. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China.* **2009**, *19*, s-656-664.
6. Li, L.; Qin, X.; Wang, G.; Qi, L.; Du, G.; Hu, Z. *Appl. Surf. Sci.* **2011**, *257*, 8006-8012.
7. Gressel, E.; Chaumont, D.; Stuerger, D. *J. Colloid Interface Sci.* **2005**, *285*, 674-679.
8. Frindell, K.L.; Bartl, M.H.; Robinson, M.R.; Bazan, G.C.; Popitsch, A.; Stucky, G.D. *J. Solid State Chem.* **2003**, *172*, 81-88.
9. Oskam, K.D.; Wegh, R.T.; Donker, H.; Van Loef, E.V.D.; Meijerink, A. *Journal of Alloys and Compounds.* **2000**, *300*-301, 421-425.