

Síntese do material luminescente $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$ por diferentes rotas sintéticas

Objetivo: Preparar a alumina dopada com európio $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$, utilizando uma proporção constante de 1 % em mol de Eu^{3+} em relação ao alumínio utilizando 4 rotas sintéticas.

1. Método Cerâmico

Inicialmente pese $2,5 \cdot 10^{-3}$ mol de óxido de alumínio (Al_2O_3) e o correspondente a 1 % dessa quantidade de óxido de európio (Eu_2O_3). Triture os sólidos utilizando alguns mL de acetona para aumentar a homogeneização. Acondicione em cadinhos de porcelana e aqueça por 12 h em diferentes temperaturas (cada grupo aquecerá em uma temperatura diferente) de 500 a 1200 °C. Para o aquecimento reserve o cadinho e anote nome do grupo e massas pesadas.

Grupo	Temperatura de Calcinação / °C
1	MW – 70 % 20 min
2	MW – 80 % 20 min
3	MW – 90 % 20 min
4	MW – 100 % 20 min
5	500
6	700
7	900
8	1100

2. Método Pechini [1]

Prepare 50 mL de uma solução aquosa de $2,5 \cdot 10^{-3}$ mol de nitrato de alumínio ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) e o correspondente a 1 % dessa quantidade de nitrato de európio ($\text{Eu}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Adicione ácido cítrico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) na proporção molar de 3:1 ($\text{AC}:\text{Al}^{3+}+\text{Eu}^{3+}$) à solução aquosa de nitratos. O ácido cítrico promoverá a formação de quelatos com os cátions metálicos. Adicione etileno glicol ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$) na razão mássica ácido cítrico e etileno glicol fixada em 3,6:1 mediante aquecimento à 70 °C e agitação contínua. Após a formação da resina polimérica,

aqueça essa resina em uma chapa na capela à 350 °C até a formação de um sólido preto. Após resfriar, triture o sólido e aqueça a 900 °C por 4 h.

3. Método de Combustão [2]

Dissolva $2,5 \cdot 10^{-3}$ mol de nitrato de alumínio ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) e o correspondente a 1 % dessa quantidade de nitrato de európio ($\text{Eu}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) na menor quantidade de água possível. Transfira para uma capsula de porcelana e aqueça até o volume reduzir sem que ocorra formação de precipitado. Retire do aquecimento e adicione ureia na proporção molar 12,5:1 (Ureia: $\text{Al}^{3+} + \text{Eu}^{3+}$). Insira a capsula em uma mufla pré-aquecida a 500 °C (não será no laboratório didático, siga instruções). Aguarde o fim da reação e retire a capsula deixando-a esfriar. Triture o pó e guarde-o para futuras análises.

4. Método da co-precipitação seguida por decomposição térmica

Prepare uma solução como no método 2. Adicione uma solução gota a gota de NaOH 1 mol L^{-1} até o pH 7,5-8. Filtre o material e seque em estufa. Separe uma fração para análise por difração de raios X. Triture o sólido formado e calcine em diferentes temperaturas (cada grupo aquecerá em uma temperatura diferente) de 500 a 1200 °C por 12 h. Para o aquecimento reserve o cadinho e anote nome do grupo e massas pesadas.

Grupo	Temperatura de Calcinação / °C
1	500
2	700
3	900
4	1100
5	MW – 70 % 20 min
6	MW – 80 % 20 min
7	MW – 90 % 20 min
8	MW – 100 % 20 min

QFL 1566 – Síntese e Caracterização de Materiais Inorgânicos
Experimento 1

[1] Pechini Maggio, P., Patente US 3330697 A,
<https://www.google.com/patents/US3330697>

[2] Ekambaram, S., Patil, K.C., Maaza, M., Synthesis of lamp phosphors: facile combustion approach, J. Alloys Compd. 393 (2005) 81-92