

Síntese do luminóforo $\text{Sr}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7:\text{Eu}^{2+},\text{Dy}^{3+}$ obtido por via úmida (Método Pechini) assistida por micro-ondas.

Everton Bonturim^{1*}(PG), Lucas C. V. Rodrigues² (PQ), Hermi F. de Brito² (PQ), Maria Claudia F. C. Felinto¹ (PQ)

¹Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares IPEN-CNEN/SP, Centro de Química e Meio Ambiente (CQMA), Av. Prof. Lineu Prestes, 2242, 05508-000, São Paulo/SP, Brasil.

²Instituto de Química, Universidade de São Paulo – USP, São Paulo/SP, Brasil

Palavras Chave: Luminescência persistente, dissilicatos, micro-ondas.

Introdução

O composto $\text{Sr}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7:\text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ (SMSO:Eu²⁺, Dy³⁺) é conhecido como um dissilicato com luminescência persistente de longa duração. As propriedades luminescentes deste material estão diretamente ligadas com a presença do íon ativador Eu²⁺ e do co-dopante Dy³⁺ responsável por criar defeitos (*traps*) na rede cristalina da matriz, permitindo assim a recombinação de elétrons entre íon ativador e defeitos, mecanismo responsável pela luminescência persistente característica do material.

De acordo com dados da literatura, a emissão do composto SMSO:Eu²⁺, Dy³⁺ está na faixa do azul (ca. 480 nm), com tempo de luminescência persistente de mais de 24 horas após cessada a irradiação¹. A síntese de óxidos por via úmida tem apresentado grandes atrativos no que diz respeito ao controle de características do produto final, principalmente para materiais com aplicação fotônica^{2,3}. Com o intuito de estudar melhor esta matriz e suas propriedades luminescentes quando dopada, foi feita a síntese deste composto pelo método Pechini⁴ variando a razão (íons metálicos:ácido cítrico) entre 1:1, 1:1,5 e 1:2, calcinado em forno resistivo (1200°C/5 h) com redução assistida por micro-ondas com CO(g).

Resultados e Discussão

Os compostos sintetizados com diferentes razões molares de ácido cítrico (1:1; 1:1,5 e 1:2) apresentaram perda de massa correspondente a 51,9; 58,6 e 65,5%, respectivamente. (Fig. 1a)

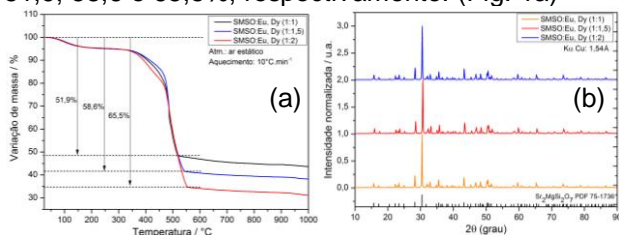


Figura 1. Termogramas (a) e difratogramas (b) dos materiais de SMSO das amostras calcinadas.

Foi possível verificar um aumento na temperatura de estabilização dos óxidos nestas razões que

variou entre 520, 546 e 560°C. Os difratogramas de raios X (Fig.1b) indicam a formação da fase cristalina desejada com impurezas de $\text{Sr}_3\text{MgSi}_2\text{O}_8$.

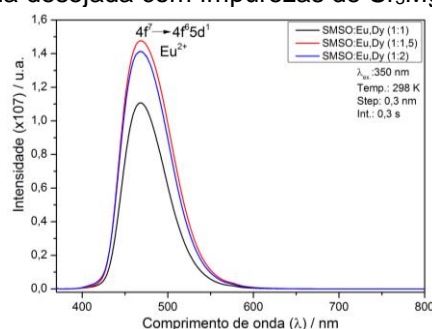


Figura 2. Espectros de emissão dos compostos com diferentes condições de síntese.

As sínteses com razões de 1:1,5 e 1:2 para ácido cítrico apresentaram maior eficiência da luminescência, indicando também a redução dos íons Eu³⁺ para Eu²⁺, indicada pela transição interconfiguracional $4f^7 \rightarrow 4f^6 5d^1$ com emissão predominantemente no azul visível (460 nm). Os compostos apresentaram luminescência persistente quando irradiados por luz visível e/ou ultravioleta.

Conclusões

A rota de síntese por via úmida, usando o método Pechini, é adequado para produção de compostos dissilicatos SMSO dopados. A fase $\text{Sr}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7$ de estrutura tetragonal apresenta-se com impurezas de outras fases. O processo de redução por micro-ondas foi eficiente para obtenção da espécie Eu²⁺ na estrutura cristalina dos compostos.

Agradecimentos

Os autores agradecem o suporte financeiro do CNPq e Projeto Bilateral Brasil-Finlândia no Programa de Energia Sustentável.

¹ Kulesza, D.; Wiatrowska, A.; Trojan-Piegza, J.; Felbeck, T.; Geduhn, R.; Motzek, P.; Zych, E. e Kynast, U. J. Lum. **2013**, 133, 51.

² Zhou, W.; Shao, Z.P. e Jin, W.Q. J. Alloys Compd. **2006**, 426, 368.

³ Aitasalo, T.; Hassinen, J.; Hölsä, J.; Laamanen, T.; Lastusaari, M.; Malkamäki, M.; Niittykoski, J. e Novák, P. J. Rare Earths. **2009**, 27, 529.

⁴ Pechini, M.P. Unit. States Patent Office, **1963**, 117.