

ESTUDIO ESTRUCTURAL DE NANOPARTÍCULAS DOPADAS TiO₂:Pr EN FASE ANATASA SINTETIZADAS PARA SU EMPLEO COMO SEMICONDUCTOR NANOESTRUCTURADO EN CÉLULAS DE CONVERSIÓN FOTOVOLTAICA

MARIÑOSO-PASCUAL, Juan Manuel; GÓMEZ-LOPERA, Salvador Ángel

jmmpl@alu.upct.es

Universidad Politécnica de Cartagena, Escuela Técnica Superior de Ingeniería Agronómica (ETSIA),
Departamento de Física Aplicada

RESUMEN

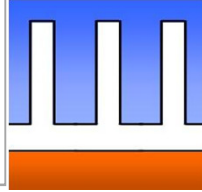
En este trabajo presentamos un estudio comparativo de los parámetros estructurales de nanopartículas de TiO₂ dopadas con Praseodimio (1%, 5%) y fase anatasa, entre el cálculo de los parámetros red mediante la ley de Bragg y el tamaño de cristalito usando la ecuación de Scherrer con el refinamiento Rietveld utilizando el software Fullprof. El estudio estructural profundo de dichos sistemas, nos aporta un conocimiento útil para la mejora del uso de estas nanopartículas en aplicaciones fotovoltaicas, de almacenamiento de energía y fotocatalisis. A partir de los análisis de difracción de rayos-X, se han calculado los parámetros de red y el tamaño de cristalito de estos sistemas. Mediante la ley de Bragg se obtuvieron los valores de los parámetros de red $a = 3.5 \pm 0.4 \text{ \AA}$ y $c = 9 \pm 2 \text{ \AA}$ para todos los sistemas, y el cálculo del tamaño de cristalito aplicando la ecuación de Scherrer de $10.41 \pm 0.03 \text{ nm}$, $10.99 \pm 0.07 \text{ nm}$, $13.75 \pm 0.06 \text{ nm}$, $17.58 \pm 0.07 \text{ nm}$ para los sistemas TiO₂:Pr 1%, TiO₂:Pr 5%, puro con semillas, puro sin semillas respectivamente. Los mismos cálculos realizados con el método Rietveld dieron unos parámetros de red de $a = 3.7940 \pm 0.0001 \text{ \AA}$, $a = 3.7978 \pm 0.0002 \text{ \AA}$, $a = 3.7959 \pm 0.0001 \text{ \AA}$, $a = 3.7942 \pm 0.0001 \text{ \AA}$; $c = 9.4951 \pm 0.0003 \text{ \AA}$, $c = 9.4937 \pm 0.0004 \text{ \AA}$, $c = 9.4985 \pm 0.0003 \text{ \AA}$, $c = 9.5031 \pm 0.0002 \text{ \AA}$, y unos tamaños de cristalito $13.701 \pm 0.001 \text{ nm}$, $8.857 \pm 0.001 \text{ nm}$, $12.49 \pm 0.04 \text{ nm}$, $15.04 \pm 0.09 \text{ nm}$ para los sistemas TiO₂:Pr 1%, TiO₂:Pr 5%, puro con semillas, puro sin semillas respectivamente. Las discrepancias encontradas en los tamaños de cristalito se asocian en mayor medida a la función instrumental.

Indica con una X el tipo de comunicación que deseas:

ORAL PÓSTER

Indica con una X en qué Área Temática quieres que sea incluido tu resumen:

Eficiencia energética Energías Renovables Gestión y control de la energía Impacto ambiental y social de la energía Ingeniería de sistemas y equipos energéticos Innovación docente en Ingeniería de la Energía Máquinas de fluidos Transferencia de calor y masa



ESTUDIO ESTRUCTURAL DE NANOPARTÍCULAS DOPADAS $\text{TiO}_2:\text{Pr}$ EN FASE ANATASA SINTETIZADAS PARA SU EMPLEO COMO SEMICONDUCTOR NANOESTRUCTURADO EN CÉLCULAS DE CONVERSIÓN FOTOVOLTAICA



**MARIÑOSO-PASCUAL, JUAN MANUEL
GÓMEZ-LOPERA, SALVADOR A.**

JMMP1@ALU.UPCT.ES

**UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE CARTAGENA, ESCUELA TÉCNICA
SUPERIOR DE INGENIERÍA AGRONÓMICA (ETSIA) ,
DEPARTAMENTO DE FÍSICA APLICADA**

Índice



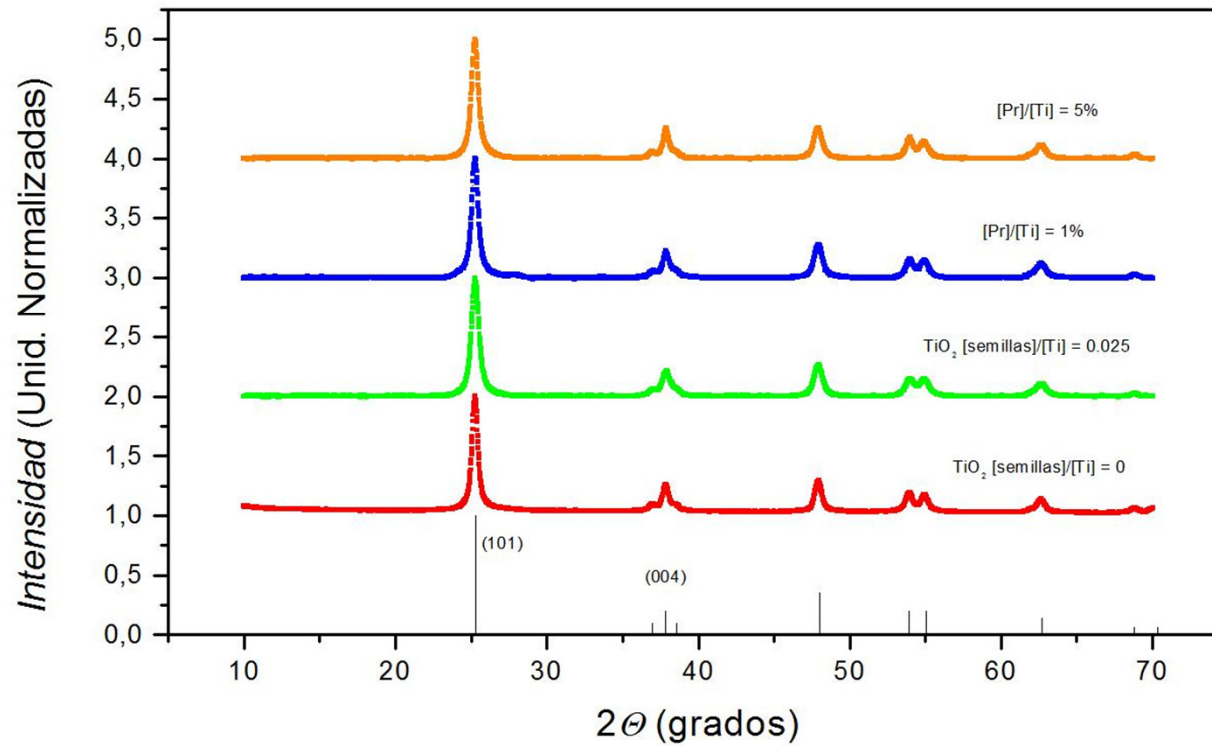
- Introducción: sobre TiO_2
- Espectros DRX
- Cálculo estructural
- Método de refinamiento Rietveld
- Resultados
- Conclusiones

Introducción: sobre TiO₂



- **Propiedades:**
 - Biocompatible
 - Absorción en UV
 - Fácil fabricación
- **Aplicaciones:**
 - Células solares sensibilizadas (colorante o punto cuántico)
 - Fotocatálisis
 - Almacenamiento de energía

Espectros DRX para muestras en polvo



Cálculo estructural



Ley de Bragg + Distancia Interplanar

- $c = 40d_{004}(\text{Å})$
- $a = 10 \sqrt{\frac{d_{101}^2}{1 - \frac{d_{101}^2}{c^2}}} (\text{Å})$
- $d = \frac{\lambda(\text{Å})/10}{2 \sin\left(\frac{\pi\theta}{180}\right)} (nm)$

Ecuación de Scherrer

- $D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \lambda/10}{\frac{w\pi}{180} \cos\left(\frac{\pi\theta}{180}\right)} (nm)$

Cálculo de errores



- $\Delta d_{hkl} = d_{hkl} \left[\frac{\Delta \lambda}{\lambda} + \left| \frac{1}{\tan\left(\frac{\pi\theta}{180}\right)} \right| \Delta\theta \right] \text{ (nm)}$
- $\Delta c = c \frac{\Delta d_{101}}{d_{101}} \text{ (Å)}$
- $\Delta a = a \left[\left(\frac{a}{10d_{101}} \right)^2 \frac{\Delta d_{101}}{d_{101}} + \left(\frac{a}{10c} \right)^2 \frac{\Delta c}{c} \right] \text{ (Å)}$
- $\Delta D = D \left[\frac{\Delta w}{w} + \frac{\Delta \lambda}{\lambda} + \frac{\pi}{180} \tan\left(\frac{\pi\theta}{180}\right) \Delta\theta \right] \text{ (nm)}$
- $\Delta\theta = 3.44 \times 10^{-4} \text{ rad}$

Método de refinamiento Rietveld



- $y_{c,i} = \sum_{\phi} S_{\phi} \sum_h I_{\phi,h} \Omega(T_i - T_{\phi,h}) + b_i$
- $I_{\phi,h} = \{LAPCF^2\}_{\phi,h}$

Parámetro representativo de bondad del ajuste:

- $\chi^2 = \sum_{i=1}^n \frac{1}{\sigma_i^2} \{y_i - y_{c,i}(\alpha)\}^2$

Función de ajuste. Tamaño aparente de cristalito



Componentes del perfil de la función de pico TCH pseudo-Voigt:

- $H_G^2 = \left(U + (1 - \zeta)^2 D_{ST}^2(\alpha_D) \right) \tan^2 \theta + V \tan \theta + W + \frac{I_G}{\cos^2 \theta}$
- $H_L = \left(X + \zeta D_{ST}(\alpha_D) \right) \tan \theta + \frac{[Y + F(\alpha_z)]}{\cos \theta}$
- $\beta_L = \beta_{Lsize} + \beta_{Lstrain} + \beta_{inst}$
- $\beta_G^2 = \beta_{Gsize}^2 + \beta_{Gstrain}^2 + \beta_{inst}^2$

Aportación pura instrumental sin intervención en los parámetros microestructurales

Componentes de aporte al tamaño de cristalito

Ajuste mediante refinamiento Rietveld

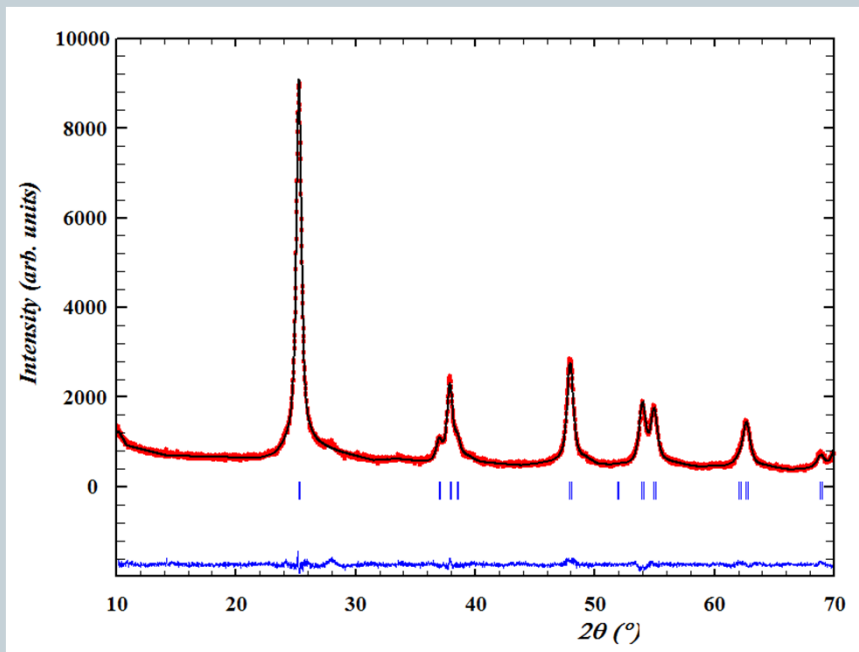


Figura 1– TiO₂:Pr 1%

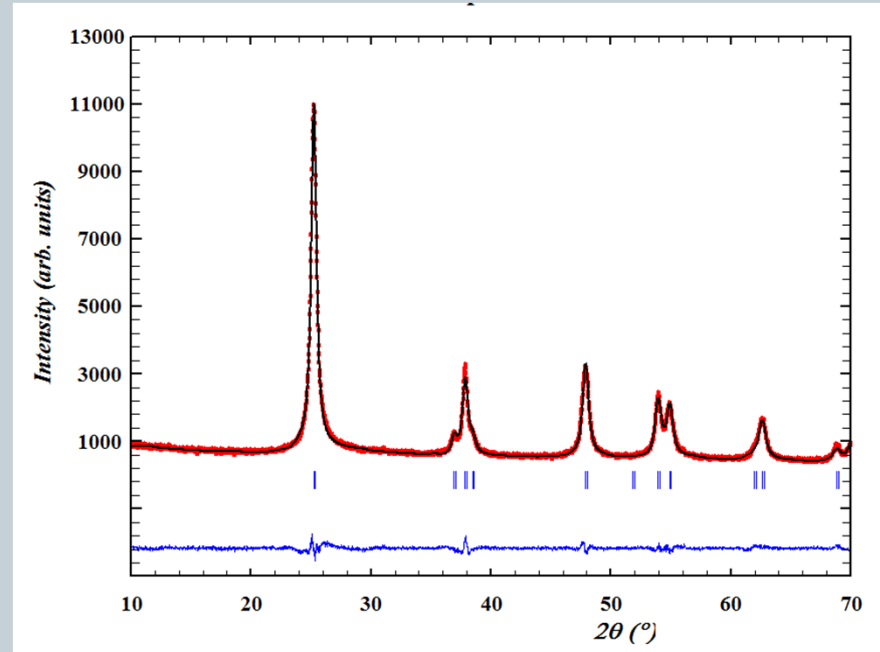
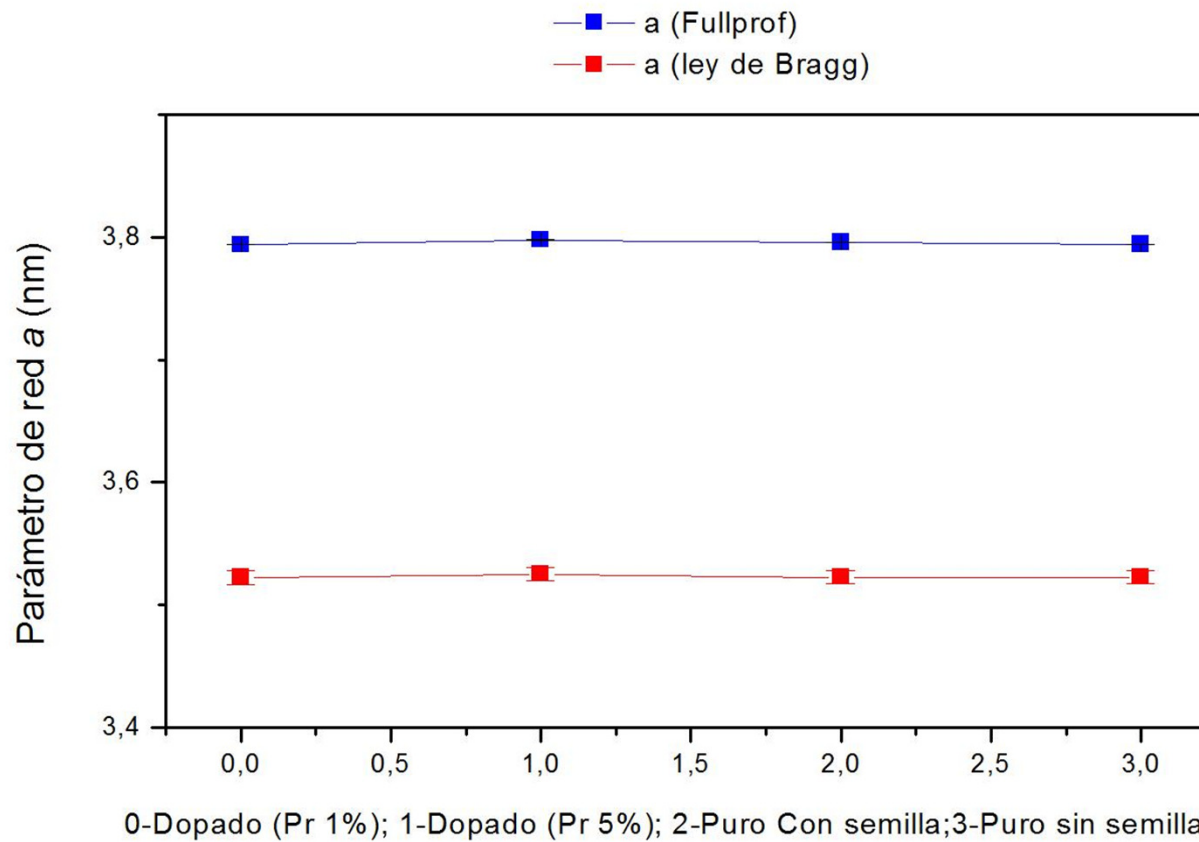
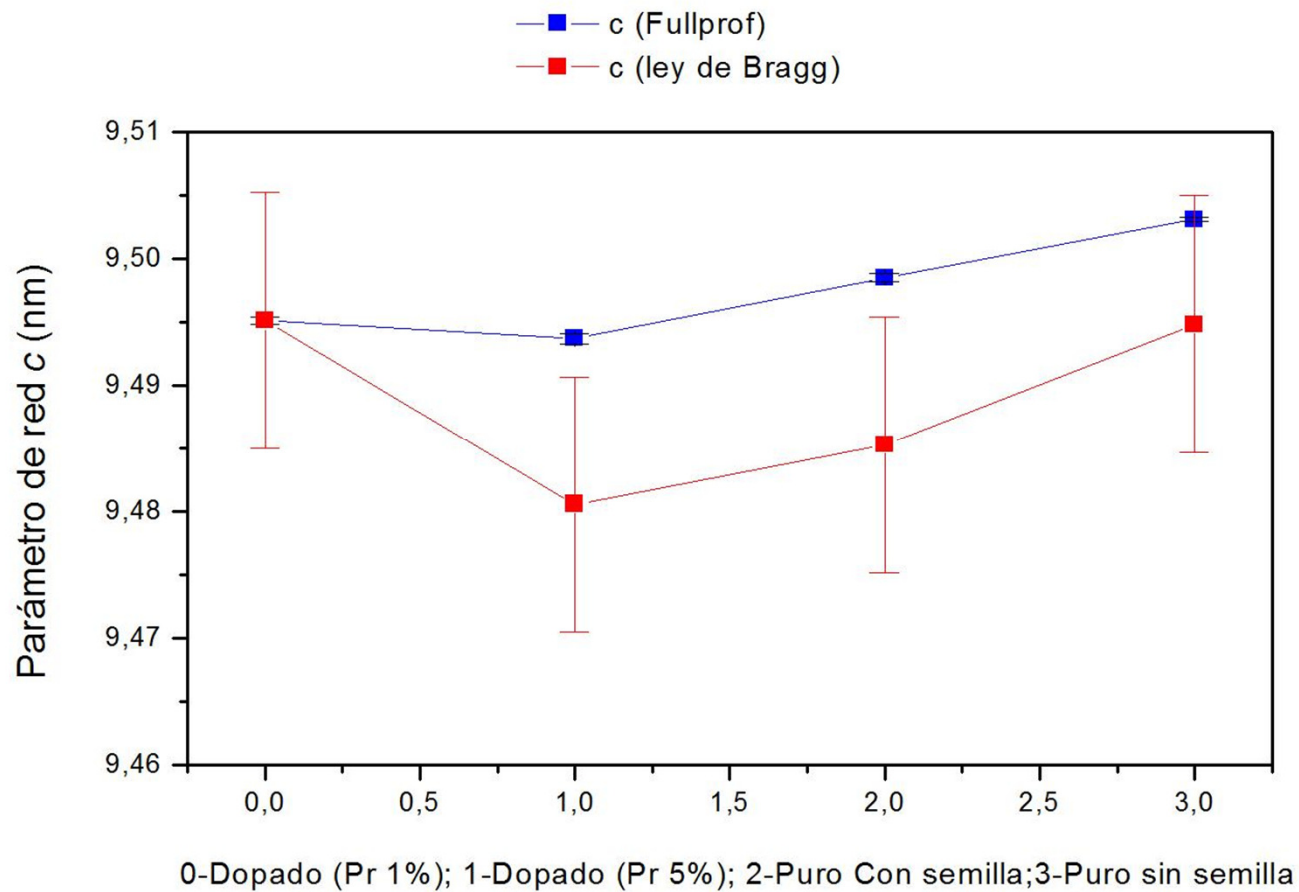


Figura 2– TiO₂:Pr 5%

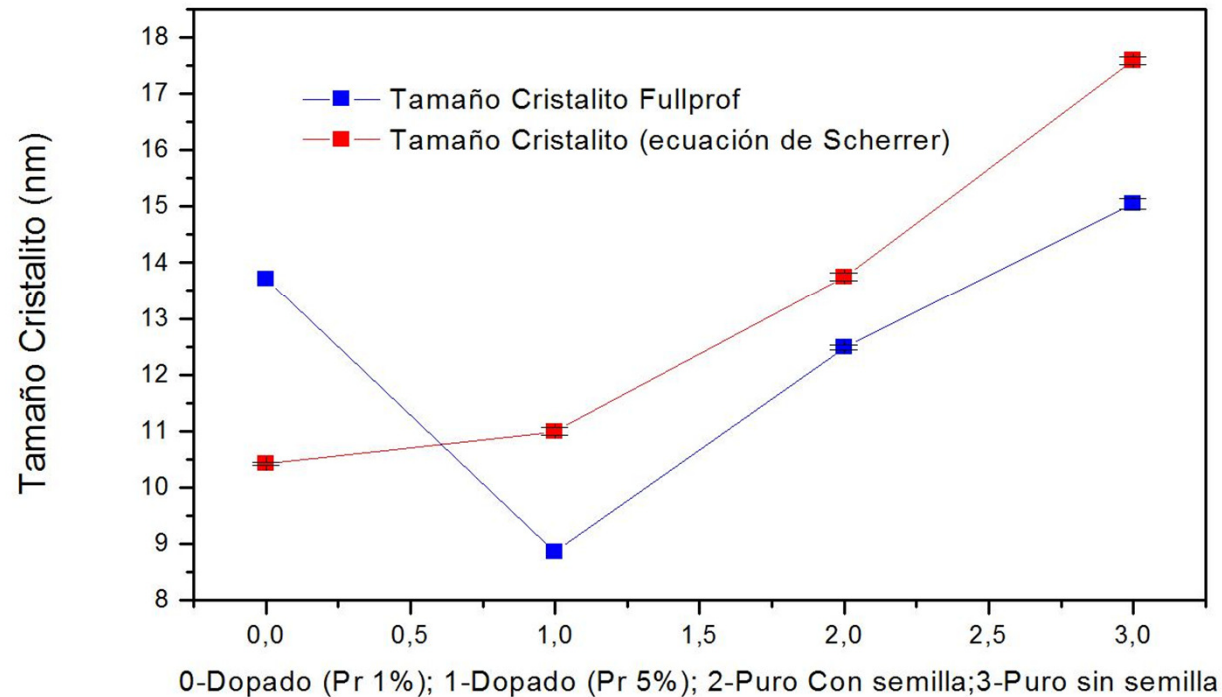
Resultados. Parámetro de red a



Resultados. Parámetro de red c



Resultados. Tamaño de Cristalito



Conclusiones



- Los parámetros de red calculados por Fullprof son ligeramente mayores que mediante la ley de Bragg.
- El tamaño de cristalito calculado Fullprof es menor que el calculado por la ecuación de Scherrer.
- El efecto instrumental corregido por Fullprof contribuye a reducir el error debido al desplazamiento del cero instrumental y a la función instrumental.



Gracias por su Atención

**MARIÑOSO-PASCUAL, JUAN MANUEL
GÓMEZ-LOPERA, SALVADOR A.**

JMMP1@ALU.UPCT.ES

**UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE CARTAGENA, ESCUELA
TÉCNICA SUPERIOR DE INGENIERÍA AGRONÓMICA
(ETSIA), DEPARTAMENTO DE FÍSICA APLICADA**