

## INFLUÊNCIA DA ESTEQUIOMETRIA NA MORFOLOGIA DO SULFETO DE COBRE, OBTIDO ATRAVÉS DO MÉTODO HIDROTÉRMICO ASSISTIDO POR MICRO-ONDAS.

VINICIUS PEREIRA DIAS<sup>1</sup>; CÁTIA LIANE ÜCKER<sup>2</sup>; ANDRIELE LANGE DA ROSA<sup>3</sup>; FRANCIELLEN SAN MARTINS<sup>4</sup>; BRENDA FRAGOSO<sup>5</sup> e CRISTIANE WIENKE RAUBACH<sup>6</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas – [viniciusdiassvp@gmail.com](mailto:viniciusdiassvp@gmail.com)

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas – [catiaucker@gmail.com](mailto:catiaucker@gmail.com)

<sup>3</sup>Universidade Federal de Pelotas – [andrielelange@hotmail.com](mailto:andrielelange@hotmail.com)

<sup>4</sup>Universidade Federal de Pelotas – [franciensmr2@hotmail.com](mailto:franciensmr2@hotmail.com)

<sup>5</sup>Universidade Federal de Pelotas – [brendamartinelli@icloud.com](mailto:brendamartinelli@icloud.com)

<sup>6</sup>Universidade Federal de Pelotas – [craubach.iqg@ufpel.edu.br](mailto:craubach.iqg@ufpel.edu.br)

### 1. INTRODUÇÃO

O sulfeto de cobre (CuS) é um excelente semicondutor que apresenta um Band gap de  $\sim 2.5\text{eV}$ , detém maior condutividade em altas temperaturas, e apresenta interessantes propriedades metálicas (NEMADE, 2015). Sua aplicação é diversa, como células solares, catálise, fotocatálise (SARANYA, 2013), sensores químicos, materiais compósitos e filmes finos (QI, 2012). A síntese deste composto pode ser realizada através rota hidrotérmica assistida por micro-ondas (HAM), é recomendável pela sua forma simples e de curta duração na obtenção dos materiais, devido ao aquecimento acelerado e uniforme até o ponto de cristalização da amostra (PIRES, 2008). O objetivo dessa pesquisa é a obtenção de CuS através do método (HAM) e, avaliar a influência da estequiometria (razão molar) nas suas propriedades físico-químicas.

### 2. METODOLOGIA

Realizou-se duas sínteses. Na primeira, utilizando uma balança analítica, pesou-se 1mM de nitrato de cobre ( $\text{CuN}_2\text{O}_6$ ) e 3mM de Tioureia ( $\text{H}_2\text{NCSNH}_2$ ), que foram adicionados em 40mL de água destilada, ficando sobre agitação constante por 5 min, na temperatura de  $50^\circ\text{C}$ , para melhor solubilização dos solutos. A solução foi colocada no reator e levada ao micro-ondas na temperatura de  $160^\circ\text{C}$  por 30 min. Na segunda síntese, pesou-se 1mM de nitrato de cobre e 2mM de tioureia, que foram adicionados em 40mL de água destilada, ficando sobre agitação constante por 5 min, na temperatura de  $50^\circ\text{C}$  para melhor solubilização. Posteriormente levado ao processo de cristalização no micro-ondas na temperatura de  $165^\circ\text{C}$  por 1 hora.

Em ambas as sínteses, lavou-se o particulado obtido com água destilada, por várias vezes, com o auxílio de uma centrífuga (3600rpm), para o ajuste do pH a neutralidade. Posteriormente, submeteu-se os particulados ao processo de secagem, em uma estufa, na temperatura de  $100^\circ\text{C}$  por 24 horas. As duas amostras foram caracterizadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), para verificar a morfologia do particulado obtido.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A primeira amostra, referente a razão molar 1:3 nitrato de cobre/tioureia, apresenta partículas esféricas, porém com grande quantidade de porosidade em formato de flores 3D (Figura 1). Já a amostra com menor razão molar (1:2) apresentou esferas e com baixa quantidade de partículas em formato de flores 3D (Figura 2), conforme observado na primeira amostra. Demonstrando que a quantidade de tioureia utilizada confere grande influência na morfologia do CuS. As texturas 3D semelhantes a flores foram visualizadas em maior quantidade quando se utilizou um excesso de tioureia (Figura 1), indicando que a otimização da quantidade de tioureia é necessária para produzir morfologias específicas do CuS. Também, algumas pesquisas relacionadas relatam que mudanças de morfologia são realizadas alterando precursores, concentração de precursores e condições de reação, como temperatura, pressão e tempo de reação (SHAMRAIZ, 2016).

Figura 1 – MEV do CuS com 1:3 nitrato de cobre/tioureia

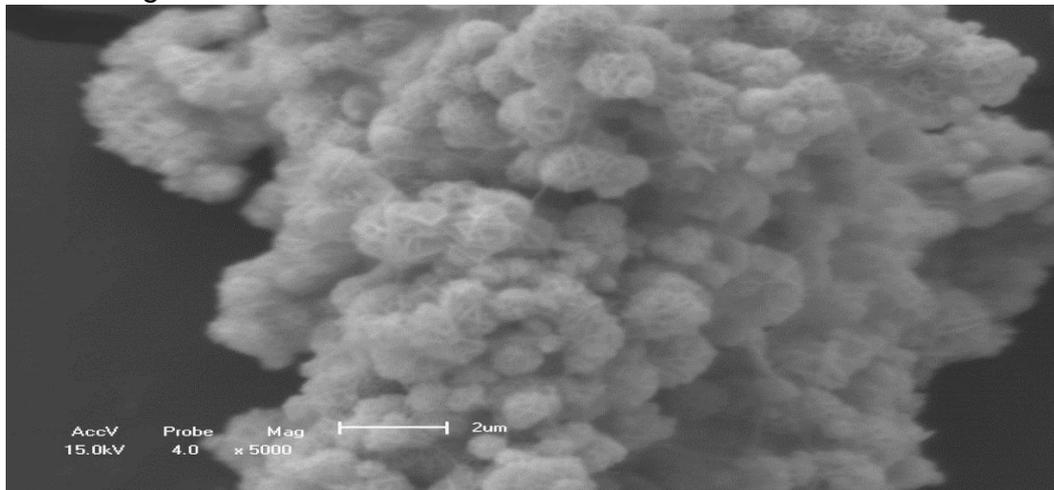
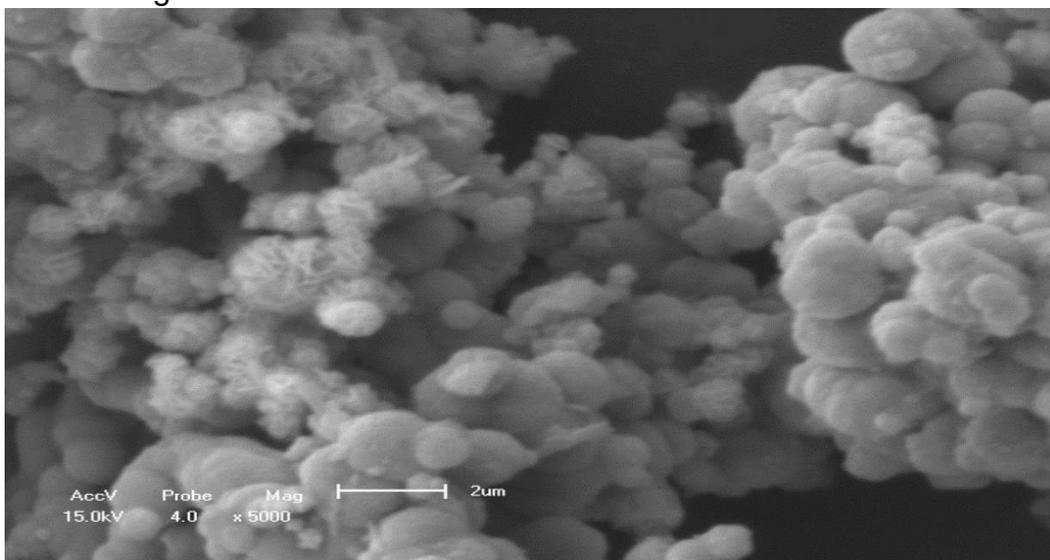


Figura 2 – MEV do CuS com 1:2 nitrato de cobre/tioureia



#### 4. CONCLUSÕES

Foi possível obter o particulado de CuS através do método HAM. Observou-se as diferentes morfologias causadas pela variação da razão molar do precursor de enxofre. Esse trabalho está em desenvolvimento, onde outras sínteses com diferentes razões molares serão realizadas além de outras caracterizações, como DRX, raman, FTIR, band gap, para assim aperfeiçoar o CuS obtido.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- NEMADE, K. R.; WAGHULEY, dan SA. Band gap engineering of CuS nanoparticles for artificial photosynthesis. **Materials Science in Semiconductor Processing**, v. 39, p. 781-785, 2015.
- SARANYA, Murugan et al. Hydrothermal growth of CuS nanostructures and its photocatalytic properties. **Powder technology**, v. 252, p. 25-32, 2014.
- QI, Hui et al. One-dimensional CuS microstructures prepared by a PVP-assisted microwave hydrothermal method. **Ceramics International**, v. 38, n. 3, p. 2195-2200, 2012.
- PIRES, F. I. et al. Microwave-assisted hydrothermal synthesis of nanocrystalline SnO powders. **Materials Letters**, v. 62, n. 2, p. 239-242, 2008.
- SHAMRAIZ, Umair; HUSSAIN, Raja Azadar; BADSHAH, Amin. Fabrication and applications of copper sulfide (CuS) nanostructures. **Journal of solid state chemistry**, v. 238, p. 25-40, 2016.