

Síntese da sílica de Stöber: avaliação da influência de parâmetros experimentais sobre o tamanho das partículas.

Rafael S. Fernandes*¹ (PG), Ivo M. Raimundo Jr¹ (PQ), M. Fernanda Pimentel².
*rafael.fernandes@iqm.unicamp.br

¹ Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, 13083-970, Campinas, São Paulo, Brasil.

² Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de Pernambuco, 50670-901, Recife, Pernambuco, Brasil

Palavras Chave: Síntese de Stöber, Planejamento Experimental, Nanopartículas de Sílica.

Introdução

O método Stöber [1] descreve a preparação de partículas esféricas monodispersas de sílica, com tamanhos na faixa coloidal, a partir da hidrólise do tetraetilortossilano (TEOS) seguida por uma policondensação em meio etanólico na presença de amônia como catalisador. O método é um dos mais utilizados para a síntese de nanopartículas de sílica (NPs) devido à sua simplicidade e eficácia. Entretanto, a literatura é controversa em relação aos efeitos causados pelos parâmetros envolvidos na síntese.

Neste trabalho os efeitos causados pelos parâmetros envolvidos na síntese da sílica de Stöber foram avaliados (temperatura, concentração da água, TEOS, amônia, velocidade de agitação e razão molar) de forma uni e multivariada. Um planejamento fatorial 2⁴ foi utilizado para avaliar a magnitude dos efeitos dos reagentes sobre o tamanho médio das nanopartícula e em quais condições esses efeitos são observados. Foram estudados quatro fatores (quantidade de etanol, água, TEOS e amônia) e dois níveis (+1, -1), o que significa 16 experimentos em duplicata (Tabela 1).

Tabela 1. Planejamento Fatorial 2⁴ da síntese de NPs.

Fatores	(-1)	(+1)
1. Etanol (mmol)	240	440
2. TEOS (mmol)	12,0	13,0
3. Amônia (mmol)	4,00	11,0
4. Água (mmol)	500	1200

Resultados e Discussão

Os resultados do estudo univariado mostraram que todos os parâmetros avaliados apresentaram influência no tamanho das nanopartículas. Partículas com tamanho na faixa de 9 a 83 nm foram sintetizadas utilizando as condições experimentais descritas na Tabela 1. O aumento da concentração do catalisador, da concentração de água e da velocidade de agitação utilizado na síntese de nanopartícula promoveu um aumento no tamanho médio de partícula. No entanto, o aumento da temperatura e da razão [Etanol]/[TEOS] promoveram

uma diminuição do tamanho médio de partícula. Sínteses realizadas com elevadas concentrações do catalisador e baixa velocidade de agitação produziram partículas com um menor grau de aglomeração e com morfologia bem definida (esférica). No estudo multivariado, foi possível identificar que as variáveis envolvidas na síntese apresentam efeitos principais e de interação significativos (95%). A equação 1, mostra o modelo ajustado:

$$Y = 23,39(\pm 0,29) + 6,37(\pm 0,29)x_2 + 4,84(\pm 0,29)x_3 + 8,69(\pm 0,29)x_4 - 2,75(\pm 0,29)x_1x_2 - 2,36(\pm 0,29)x_1x_3 + 3,01(\pm 0,29)x_2x_3 + 7,29(\pm 0,29)x_2x_4 + 8,48(\pm 0,29)x_3x_4 - 3,62(\pm 0,29)x_1x_2x_3 - 3,37(\pm 0,29)x_1x_3x_4 + 3,40(\pm 0,29)x_2x_3x_4 \quad (1)$$

O efeito causado pelo aumento a concentração de etanol, pode aumentar o tamanho da partícula em até 21 nm (nos níveis +-+ para as variáveis 2,3 e 4, respectivamente) ou diminuir em até 37 nm, se as variáveis 2, 3 e 4 estão nos níveis ++++. De acordo com a equação do modelo é possível observar que os efeitos causados pela variação na concentração de etanol são apenas efeitos de interações com as outras variáveis. No caso do TEOS, água e amônia, o efeito observado, em praticamente todas as situações, é no sentido de elevar o tamanho da partícula, chegando a um aumento de até 60nm no tamanho da partícula para o TEOS, 68 nm para a água e 76nm para a amônia, quando as outras variáveis estão nos níveis +-+.

Conclusões

As interações significativas de segunda e terceira ordem explicam os diferentes resultados reportados na literatura. Portanto, o controle rígido e o entendimento dos efeitos causados pelos parâmetros são necessários para a realização de uma síntese com reprodutibilidade adequada.

Agradecimentos

Os autores são gratos a CAPES e ao INCTAA (CNPq 573894/2008-6 e FAPESP 2008/57808-1) pelo apoio financeiro.

[1] W. Stober, A. Fink, E. Bohn, J Colloid Interface Sci. **1968**, 26, 62–69