

Sílica Modificada com Feniltrietoxisilano (PTES) pelo Método Sol-Gel

Lilian R. Avila(PG), Eduardo J. Nassar(PQ)*, Kátia J. Ciuffi(PQ), Paulo S. Calefi(PQ), César Mello (PQ), Paula F. S. Pereira(PG), Evelisy C. O. Nassor(IC), Alexandre Cestari (IC), Lucimara C. Bandeira(IC).

E-mail: liliunifran@yahoo.com.br, ejnassar@unifran.br.

Palavras Chave: sol-gel, luminescência, európio III

Introdução

Materiais híbridos obtidos pelo método sol-gel têm sido intensamente investigados. As vantagens desta técnica estão baseadas na cinética de hidrólise e policondensação que permite a interferência no sistema, através do pH, temperatura, solvente e viscosidade. Materiais como sílica porosa e densa pode ser obtida a baixas temperaturas. A incorporação de íons lantanídeos opticamente ativos nesses materiais possibilitam a construção de amplificadores com base de fibras de silicatos, os quais podem conter um grande número de aplicações.

Neste trabalho os óxidos de silício foram preparados segundo a metodologia desenvolvida por Stöber, para isto utilizou-se o processo sol-gel. As sílicas foram obtidas com e sem o alcóxido tetraetilortosilicato (TEOS) com o feniltrietoxisilano (PTES) em etanol na razão molar de 1:1. Adicionou-se aos sóis cloreto de európio III (EuCl_3) como sonda estrutural. As partículas de sílica foram obtidas utilizando a catálise básica, sob agitação magnética, na forma sólida (pó). As amostras foram secas a temperatura ambiente e sofreram diferentes tratamentos térmicos a 100, 200, 300, 400 e 600°C em atmosfera inerte. Os pós-resultantes foram caracterizados pela análise térmica (TG/DTG/DTA), espectroscopia vibracional na região do infravermelho (IV) e fotoluminescência (FL).

Resultados e Discussão

As análises térmicas das sílicas obtidas na ausência e presença do TEOS apresentaram comportamento térmico semelhante, diferenciando-se somente na temperatura de início da decomposição da matéria orgânica. As termogravimetrias em geral apresentaram três estágios de decomposição. A primeira perda de massa ocorrida abaixo de 200°C, no início da decomposição, pode ser atribuída a moléculas do solvente e água fracamente adsorvida a superfície da sílica, tendo maior porcentagem de perda na amostra contendo TEOS. O segundo estágio na faixa de temperatura de 400 a 800°C e 300 a 800°C para as amostras preparadas com TEOS+PTES e PTES respectivamente, apresentaram perda de massa de aproximadamente 25,0%, o qual foi atribuída a pirólise do substituinte orgânico do

precursor PTES (radical fenil). Acima de 800°C, foi observado uma perda de massa que pode estar relacionada a resíduos da decomposição orgânica.

Os espectros de infravermelho de todas as amostras apresentaram modos vibracionais da sílica em 470 cm^{-1} correspondente a $\delta(\text{Si-O-Si})$, 789 cm^{-1} $\nu_s(\text{Si-O-Si})$ e 1100 cm^{-1} $\nu_{as}(\text{Si-O-Si})$. Vibrações na região de 3500-3700 cm^{-1} também foram observadas. Estas vibrações podem ser atribuídas ao estiramento O-H presentes na superfície da sílica e, também, a água remanescente adsorvida. Nesta região, nas amostras preparadas somente com o precursor PTES, em temperaturas mais elevadas as bandas quase desaparecem, porém na amostra com TEOS+PTES, as bandas não sofrem muita alteração, podendo indicar a existência de água nos poros da matriz. Em 1430 cm^{-1} aparece a vibração correspondente à ligação Si-fenil, a qual desaparece a partir de 400 °C para as amostras TEOS+PTES e a 200°C para as amostras preparadas somente com o precursor PTES, indicando o início da decomposição do material orgânico. Este fato é confirmado pela análise térmica, a qual apresentou um início da decomposição da matéria orgânica a 400 e 200°C para as amostras contendo TEOS+PTES e PTES, respectivamente.

Os espectros de emissão das amostras preparadas somente com o precursor PTES, tratadas até a temperatura de 300°C, apresentam as bandas características correspondentes às transições do estado excitado $^5\text{D}_0$ para o estado fundamental $^7\text{F}_J$ ($J = 0, 1, 2, 3$ e 4). A fotoluminescência do íon Eu III é diretamente proporcional ao seu ambiente, ao passo que aumentando a temperatura, a matéria orgânica vai sendo degradada e a emissão do íon começa a diminuir, pois os fragmentos dos compostos promovem a perdas de energia do estado excitado .

Conclusões

A temperatura de tratamento das amostras é um importante fator na emissão do íon Eu III.

Os espectros de infravermelho confirmaram a presença da matéria orgânica até as temperaturas de 400 e 200°C para as amostras TEOS+PTES e PTES respectivamente, indicando uma maior estabilidade térmica para as amostras contendo TEOS.

Agradecimentos

FAPESP / CAPES / CNPq