Filmes Sol-Gel de Sílica Mesoporosa: Preparação e Caracterização

Silvanna L. A. Maranhão(PQ)[*1], Luis C. Cides da Silva(PG)[2], Sylvia M. Carneiro(PQ)[3], Jivaldo R. Matos(PQ)[2] e Márcia C. A. Fantini(PQ)[1].

[1]Instituto de Física da Universidade de São Paulo, Lab. Cristalografia - Travessa R da Rua do Matão, n[o]. 187, Cidade Universitária - 05508-900, São Paulo, SP, Brasil; [2] Instituto de Química da Universidade de São Paulo; Lab. Análise Térmica - Av. Prof. Lineu Prestes, 748 - Cidade Universitária - 05508-900, São Paulo – SP, Brasil; [3] Instituto Butantã, Lab. Biologia Celular - Av. Vital Brazil n[0]. 1500, Butantã - 05503-900, São Paulo, SP, Brasil.
*Silvanna@if.usp.br

Palavras Chave: *silica, filmes mesoporosos, SAXS.*

Introdução

Materiais com estruturas mesoporosas auto-organizadas têm se destacado para aplicação em vários campos tecnológicos. Apresentando diversas morfologias como esferas, fibras, cilindros e filmes, e interessantes propriedades, as sílicas mesoporosas ordenadas foram inicialmente desenvolvidas pela Mobil Oil Corporation[1]. Melhorias nas sínteses realizadas por Stucky e colaboradores levaram a um importante avanço com o uso de copolímeros triblocos, dando origem a sílicas com poros de diâmetro entre 5 e 30 nm [2]. Por serem biodegradáveis, de baixo custo e recicláveis, os copolímeros são empregados com êxito em processo sol-gel de síntese no qual a evaporação do solvente induz a formação da mesofase no molde, sendo este excluído por calcinação ou extraído em refluxo com etanol. O foco atual é a obtenção de filmes de sílica mesoporosa ordenada cujo emprego tem sido descrito principalmente em membranas e sensores[3,4]. Neste trabalho a preparação por sol-gel e *dip-coating* e caracterização de filmes finos mesoporosos de silica SBA-15 são descritas.

Resultados e Discussão

Utilizando o Pluronic P123 como agente modulador e o tetraetilortosilicato (TEOS) como fonte de sílica em solução ácida, os filmes foram depositados por *dip-coating* a 6 cm/min após 3h de reação e mantidos a 40^0 C por 24 h. Como substrato utilizamos lâminas de vidro e *Kapton*. O template foi extraído por calcinação a 400^0 C.

A síntese empregada resultou em filmes transparentes, com boa aderência e espessura de 200-600 nm (Alpha-Step 500 Surface Profiler). Imagens obtidas por microscopia eletrônica de transmissão de amostras destacadas (pop-off) ou raspadas dos filmes revelam a presença de cilindros em arranjo hexagonal distribuídos predominantemente na direção paralela ao substrato. Refletometria de raios X de filmes sobre vidro (Figura 1) indicam parâmetro de rede a ≅ 11 nm (SBA-15 como sintetizado). Na difração de raios X a baixos ângulos (SAXRD) de filmes sobre *kapton*, um parâmetro de rede maior a ≅ 16 nm foi observado. Todo os dados foram coletados com a radiação CuKα (λ=1.5418 Å).

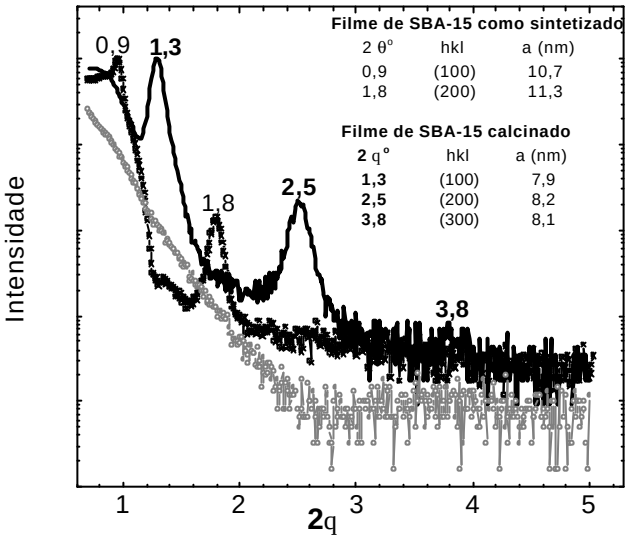

Figura 1. XRD de filmes de SBA-15 em vidro: como sintetizado: -€-; calcinado: —; vidro sem filme: -o-.

Conclusões

A síntese por sol-gel e deposição por *dip-coating* de filmes de SBA-15 é viável. As micrografias revelam filmes bem ordenados, evidencia estrutura de poros em forma cilíndrica e apresenta, na sua maioria, poros paralelos ao substrato. Picos de reflexão confirmam a presença da estrutura hexagonal (p6mm). Distintos parâmetros de rede para os filmes depositados sobre vidro e sobre *kapton* evidenciam a influência do substrato no ordenamento dos filmes.

Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES, CNPq e FAPESP.

[1] Kresge, C. T.; Leonowicz, M.E.; Roth, W. J.; Vartulli, J. C. e Beck, J. S.; *Nature*. **1992**, *359*, 710.
[2] Zhao, D.; Huo, Q.; Feng, J.; Chmelka, B.F.; Stucky, G.D.*; J. Am. Chem. Soc*. **1998**,12, 6024..
[3] Hua, Zi-Le; Shi, Jian-Lin; Wang, L.; Zhang, Wen-Hua*; Journal of Non Crystalline Solids*. **2001**, *177*, 292.

[4]Miyata, H.; Kawashima, Y.; Itoh, M. Watanabe, M.; *Chem Mater*. **2005**, *17*, 5323.