

Preparação e caracterização do SiO₂/ZrO₂/Fosfato sintetizado pelo método Sol-Gel.

Victor L. Leidens (PG)^{1*}, Richard Landers(PQ)², Edilson V. Benvenutti(PQ)³, Yoshitaka Gushikem (PQ)¹.

leidens@iqm.unicamp.br

Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, Caixa Postal 6154, Campinas, SP¹

Instituto de Física Gleb Wataghin, Universidade Estadual de Campinas, C. Postal 6165, Campinas, SP²

Instituto

de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS³

Palavras Chave: sol-gel, fosfato de zircônio(IV).

Introdução

Os óxidos mistos SiO₂/MO₂ (onde M= metal de transição) podem ser preparados pelo método de sol-gel com alta dispersão dos componentes no sólido obtido^{1,2}.

Buscando produzir um sólido com alta resistência mecânica e térmica, além de alta área superficial específica, foi sintetizado o material composto SiO₂/ZrO₂/Fosfato³. A síntese do material foi feita através do método de processamento sol-gel, utilizando 3 diferentes precursores para a obtenção dos grupos fosfato presentes no material.

Apresentamos aqui resultados obtidos para os experimentos de análise química, espectroscopia na região do infravermelho, e espectroscopia de fotoelétrons excitados por Raios-X (XPS), além da análise da área superficial específica (S_{BET}) e adsorção de amônia, feitos em busca da caracterização do material.

fluorescência de raios-X, geralmente empregado para este fim, devido a coincidência das raias de Zr e Si optou-se pela realização de análise química convencional. A determinação de fósforo foi feita pelo método do azul de molibdênio, usando-se a técnica de espectrofotometria. A curva de calibração foi construída utilizando-se KH₂PO₄ como padrão. As medidas foram realizadas, no mínimo, em triplicata. Os resultados são resumidos na tabela 1.

Tabela 1. Quantidade de Zr e P no material:

Amostras	P / mmol g ⁻¹	ZrO ₂ / % massa	Zr / mmol g ⁻¹
A	6,5 ± 0,3	22,4 ± 2,1	1,82 ± 0,17
B	4,2 ± 0,2	20,2 ± 0,5	1,64 ± 0,04
C	3,7 ± 0,2	19,4 ± 1,6	1,52 ± 0,19

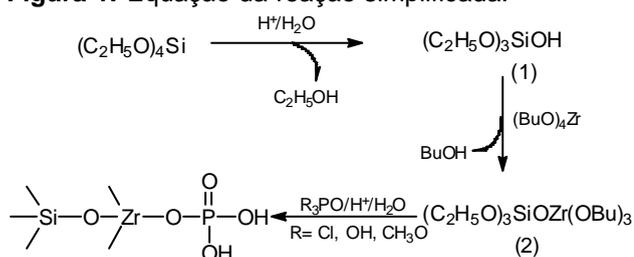
De acordo com os dados de XPS, o fosfato está presente no material, predominantemente, na forma da espécie H₂PO₄⁻ (dihidrogenofosfato).

Também foi feita a adsorção do gás amônia nos materiais. Os resultados foram, respectivamente, de (A) 2,66 mmol g⁻¹, (B) 2,64 mmol g⁻¹ e (C) 2,61 mmol g⁻¹.

Resultados e Discussão

A equação da reação empregada para a síntese do material é mostrada na figura 1:

Figura 1. Equação da reação simplificada.



(1) espécie préhidrolisada; (2) incorporação do metal na rede

Os resultados de área superficial específica para os materiais A, B, e C, respectivamente sintetizados com o uso de H₃PO₄, POCl₃ e OP(OCH₃)₃ foram de: 176 m² g⁻¹ e 270 m² g⁻¹. Não foi possível determinar o valor de BET para o material C, pois o mesmo se mostrou instável devido a presença de grupos orgânicos metil residuais na matriz. Os resultados de distribuição de poros mostram a presença de microporos, e pequena quantidade de mesoporos.

Devido a impossibilidade de quantificar os elementos do material sintetizado pelo método de

Conclusões

Os precursores utilizados originam materiais com alta dispersão de fosfato em sua superfície. Apresentando desta forma um alto valor de NH₃ quimicamente adsorvida.

Os estudos de BET e distribuição de poros indicam que os materiais são microporosos, tendo razoável área superficial.

Agradecimentos

Agradecemos à FAPESP pela concessão de suporte financeiro e bolsas de pesquisa.

[1]. Brinker C. J.; Scherer, G. W. *The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*, Academic Press Inc., San Diego, **1990**.

[2]. Francisco M. S. P.; Cardoso W. S.; Gushikem Y., Landers R, Kholin Y. V. *Langmuir*, **2004**, *20*, 8707.

[3]. A. A. S. Alfaya; Y. Gushikem; S.C. de Castro, *Microp. Mesop. Mater.* **2000**, *39*, 57.