

INFLUÊNCIA DO TEMPO DE ADIÇÃO DO ALCÓXIDO MPTS NA PREPARAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE SÍLICA ESFÉRICA

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

Universidade de Franca, Av. Dr. Armando Salles Oliveira, 201 Franca-SP, CEP 14404-600.

E-mail: nassorevelisy@hotmail.com

Palavras Chaves: sol-gel, európio III, 3-metacriloxipropiltrimetoxissilano, MET, híbridos

Introdução

Muitos compósitos orgânico-inorgânicos têm sido preparados através do processo sol-gel. As características dessa metodologia permitem a introdução de moléculas orgânicas em cadeia inorgânica. Componentes inorgânicos e orgânicos podem ser misturados em escala nanométrica, levando à formação de nanocompósitos híbridos orgânico-inorgânicos. Estes híbridos, de fácil obtenção, são extremamente versáteis na sua composição e em suas propriedades ópticas e mecânicas. Os alcóxidos de silício organofuncionalizados ou não, são utilizados na preparação de sílica ou materiais a base de sílica, os quais apresentam uma vasta área de aplicação. Partículas nanométricas com formas definidas são os principais objetivos dos trabalhos, os quais utilizam a metodologia sol-gel em sua preparação.

Neste trabalho prepararam-se partículas de sílica utilizando-se o alcóxido organofuncionalizado 3-metacriloxipropiltrimetoxissilano (MPTS) e tetraetilortossilicato (TEOS). A sílica foi obtida através de uma mistura de água e álcool isopropílico, em catálise básica. Íons Eu^{3+} foram adicionados à sílica para obter informações estruturais. A primeira amostra foi preparada adicionando-se MPTS logo após a adição do TEOS, na segunda amostra esperou-se 15 min para a adição do MPTS, para observar o processo de hidrólise e condensação. As amostras foram centrifugadas, lavadas com etanol, e secas à temperatura de 50°C. O material resultante foi caracterizado por Análise Térmica (TG/DTA/DSC), Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) e Fotoluminescência (FL).

Resultados e Discussão

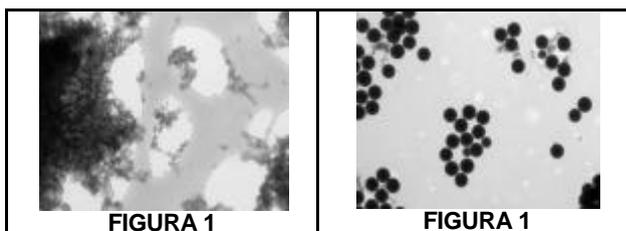
A análise térmica para a primeira amostra, apresentou a primeira perda de massa até a temperatura de 170°C, que pode ser atribuída a moléculas de água ou solvente adsorvida na superfície da sílica, a porcentagem de perda foi da ordem de 7,58%. A segunda perda foi da ordem de 20,46% e ocorreu entre 200 e 600°C, podendo ser atribuída à decomposição da matéria orgânica do grupo metacrilato.

A análise térmica da segunda amostra apresentou uma primeira perda de massa até a temperatura de 150 °C, que também pode ser atribuída a moléculas de água ou solvente adsorvida na superfície da sílica, a porcentagem de perda foi da ordem de 6,94%. A segunda perda foi da ordem de 6% e ocorreu entre 200 e 600°C, e pode também ser atribuída à decomposição da matéria orgânica do grupo metacrilato. A diminuição da perda de massa nessa temperatura pode ser atribuída a

uma maior densificação das partículas, diminuindo assim a quantidade de solvente e água em seu interior. O solvente foi em grande parte removido durante o processo de secagem.

Os espectros de excitação do íon Eu^{3+} para as amostras apresentaram máximos em 393 nm, correspondente a transição do estado fundamental (7F_0) para o estado excitado (5L_6). Os espectros de emissão do íon Eu^{3+} para as amostras excitadas em 393 nm apresentaram as bandas correspondentes às transições do estado excitado 5D_0 para o estado fundamental 7F_J (J = 0, 1, 2, 3 e 4).

Através da Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) da primeira amostra, observou-se a formação de um aglomerado de partículas heterogêneas, FIGURA 1. A difração de elétrons mostrou que as partículas de sílica são amorfas. A MET da segunda amostra mostrou a formação de partículas de sílica esféricas, homogêneas, da ordem de 480 nm, FIGURA 2. O material formado na superfície da sílica foi analisado através da difração de elétrons e apresentou um pequeno indício de cristalinidade. O EDS da esfera mostrou a presença de basicamente Si e O, indicando a formação de ligações silânicas (Si-O-Si), enquanto que o EDS do material sobre a superfície mostrou a presença de Si, O, C e Eu, indicando que o grupo metacrilato encontra-se na superfície da partícula esférica.



Conclusões

A análise térmica confirmou a presença da matéria orgânica até a temperatura de aproximadamente 150°C indicando que o grupo metacrilato provavelmente esteja presente nas duas amostras até esta temperatura.

Através da MET observou-se que o tempo de adição do MPTS influencia na hidrólise e condensação do material, e pode ser um fator relevante na formação das partículas esféricas.

Agradecimentos

À FAPESP, CAPES e CNPq.