

# Filmes de silicato de sódio e óxido de Zircônio dopados com $\text{Eu}^{3+}$ preparados pelo processo *sol-gel*.

Drielly C. de Oliveira (IC), Jefferson L. Ferrari (PG), Rogéria R. Gonçalves (PQ)\*

rrgoncalves@ffclrp.usp.br

Departamento de Química, Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto, USP, Av dos Bandeirantes, 3900 - CEP14040-901, SP, Brasil.

Palavras Chave: Silicato de sódio,  $\text{Eu}^{3+}$ , Zircônio.

## Introdução

Materiais à base de sílica apresentam propriedades interessantes para aplicação em fotônica quando dopados com íons lantanídeos<sup>(1-2)</sup>. Em especial, filmes, à base de sílica, preparados pelo processo *sol-gel* são promissores materiais para aplicação como guias de onda planares ativos e filmes luminescentes. Dentre os vários métodos de preparação, a maioria dos trabalhos descritos na literatura utilizam alcóxidos como precursores para a preparação de sóis e deposição de filmes por dip ou spin-coating. Este trabalho tem como objetivo a obtenção de xerogéis e filmes a base de silicato, utilizando precursores de baixo custo como  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ . Caracterizações estruturais e morfológicas foram realizadas em função do tratamento térmico.

## Resultados e Discussão

O xerogel foi preparado a partir da solução precursora de silicato de sódio com concentração de 0,585 mol.L<sup>-1</sup> e  $\text{ZrOCl}_2$ , com a razão molar de Si/Zr de 95/5. Após evaporação do solvente à temperatura ambiente (25°C) o gel foi dividido em triplicata e submetido a tratamentos térmicos a 500, 700 e 900 °C por 2h. Paralelamente, os filmes foram obtidos a partir de duas soluções preparadas com os mesmos precursores do xerogel, porém com a relação de Si/Zr em 90/10, acidificadas a pH 3, dopadas com 0,5% em mol de  $\text{Eu}^{3+}$  (Eu/Si,Zr) e adicionadas à uma solução etanólica de Tween 80. Os filmes foram depositados sobre substrato de silício. Para a deposição dos filmes, uma dessas soluções foi mantida em repouso por 16h (F1) e outra recém-preparada (F2). Ambos os filmes foram depositados pela técnica de dip-coating com velocidade de deposição de 10mm/s e tempo de imersão de 30s. Entre cada depósito os filmes foram submetidos a tratamentos térmicos de 900 °C por 5 min até completar 10 camadas. O xerogel tratado em diferentes temperaturas, assim como os filmes, foram caracterizados por espectroscopia de absorção na região do infravermelho (FTIR). Os filmes foram ainda caracterizados por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e reflectância especular. Através dos resultados de FTIR dos xerogéis foi possível constatar o desaparecimento gradual das bandas

localizadas em 3462 e 1634 cm<sup>-1</sup> com o aumento da temperatura do tratamento térmico. Essas bandas são atribuídas ao estiramento de grupos OH e à deformação angular da molécula de  $\text{H}_2\text{O}$ , respectivamente. Observou-se ainda, uma banda intensa na região de 1075 cm<sup>-1</sup> atribuída ao estiramento vibracional da ligação entre Si-O-Si, revelando a formação de espécies  $\text{SiO}_2$ . Foi possível acompanhar a formação de uma rede inorgânica a base de silicato por espectroscopia vibracional com o monitoramento do processo de eliminação de moléculas de água e grupos hidroxílicos. O controle da ausência de multifônons de alta energia (como grupos OH) é importante para preparar materiais luminescentes com elevada eficiência quântica de emissão. Por MEV observou-se que os filmes apresentaram superfície relativamente regular com ausência de partículas (Figura 1), porém F1 apresentou uma menor rugosidade superficial.

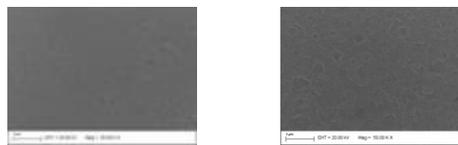


Figura 1. Fotomicrografias dos filmes preparados a partir (a) F1 e (b) F2.

## Conclusões

A partir dos resultados obtidos, concluiu-se que os filmes são homogêneos, livre de trincas e com espessura da ordem de 200 nm. Foi possível acompanhar a formação de uma rede inorgânica a base de silicato por espectroscopia vibracional, com o monitoramento do processo de eliminação de moléculas de água e grupos hidroxílicos. Propriedades ópticas, espectroscópicas de emissão e estruturais em função da adição de óxido de Zircônio estão em andamento.

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, CAPES e FAPESP pelo apoio financeiro e a bolsa concedida.

<sup>1</sup> Ribeiro, S. J. L.; *et. al.*, *Appl. Phys. Lett.* **2000**, 77, 3502.

<sup>2</sup> Gonçalves R. R.; *et. al.*, *J. Non-Cryst. Solid.* **2003**, 322, 306.

<sup>3</sup> Uchino, T., *et. al.*, *J. Am. Ceram. Soc.*, **1989**, 72, 2173.