

Nanopartículas de Sílica Obtidas Através do Processo Sol- Gel em Sistemas Micelares com Meio Amoniacal

Eliane R. Januário (IC), Kátia J. Ciuffi (PQ), Eduardo J. Nassar (PQ), Paulo S. Calefi (PQ).

pscalefi@unifran.br e/ou eliane_ribeiro3@hotmail.com

UNIVERSIDADE DE FRANCA Av. Dr. Armando Salles de Oliveira, 201 - Franca -SP CEP: 14.404-600

Palavras Chave: Nanopartículas, Sílica, Sol-Gel.

Introdução

A nanotecnologia é uma área da ciência que atualmente vem despertando muito interesse, pois permite trabalhar em escala atômica. Dentro desse contexto, nanopartículas de sílica vem mostrando grande importância no desenvolvimento de novos materiais, já que apresentam propriedades específicas, como a capacidade de formar um sistema híbrido orgânico(biológico)-inorgânico, que combina as propriedades da matriz inorgânica com as das moléculas orgânicas(biológicas), que como exemplo tem-se os biosensores. Neste trabalho foram preparadas nanopartículas de sílica pelo Processo Sol- Gel em meio amoniacal (método de Stöber).

As nanopartículas de sílica foram obtidas a partir dos alcóxidos aminopropiltietoxissilano (APTES) e/ou tetraetilortosilicato (TEOS) nas proporções 1:1 e 0:1. As reações de hidrólise e condensação ocorreram no interior de micelas (nanoreatores) formadas pelo sistema constituído por n-hexanol, ciclohexano, água destilada e o surfactante não iônico triton x – 102. As amostras foram preparadas utilizando como catalisador NH_4OH (30%) na proporção $\text{NH}_4\text{OH}:\text{Si}$ 1:2 e 1:1. Após alguns dias (variando com a quantidade de catalisador), o sistema micelar foi destruído pela adição de acetona e o sólido formado foi centrifugado, lavado com etanol e seco em estufa ($\sim 90^\circ\text{C}$). Os materiais obtidos foram caracterizados por análise térmica (TG/DTG), medidas de área superficial (BET), volume e diâmetro de poros.

Resultados e Discussão

As análises termogravimétricas (TG e DTG) para as nanopartículas apresentaram estágios de perda de massa em temperaturas inferiores a 150°C , atribuídas à desidratação; entre 150 e 300°C , associada à eliminação de solventes (hexanol e ciclohexano). Na faixa de 300 a 500°C , ocorre a maior perda de massa, atribuída a eliminação de matéria orgânica (surfactante, grupos alcóxidos não hidrolisados e, no caso das partículas obtidas com APTES, o grupo aminopropil). A perda de massa ocorrida em temperaturas superiores a 600°C é referente à desidroxilação e condensação dos grupos silanóis.

As curvas DTG mostram que as temperaturas de perda máxima de massa deslocaram para temperaturas menores nas

amostras obtidas com o dobro da quantidade de catalisador.

A análise de área superficial (BET) das partículas também evidenciou a influência da quantidade de catalisador. Para a análise de área superficial (BET), as amostras passaram por um tratamento térmico durante 1 hora a 90°C e 13 horas a 150°C . Os materiais preparados com menor quantidade de catalisador apresentam maior área superficial, maior volume e diâmetro de poros, conforme apresentado na Tabela 1.

Tabela 1. Comparação entre área superficial, volume e diâmetro de poros.

Amostra	Área Superficial (m^2/g)	Volume de Poros (cm^3/g)	Diâmetro de Poros (Å)
TEOS $\text{NH}_4\text{OH}:\text{Si}$ (1:2)	14	0,072	203
TEOS $\text{NH}_4\text{OH}:\text{Si}$ (1:1)	3	0,011	145
TEOS/APTES $\text{NH}_4\text{OH}:\text{Si}$ (1:2)	15	0,079	205
TEOS/APTES $\text{NH}_4\text{OH}:\text{Si}$ (1:1)	2	0,005	91

Os resultados das análises térmicas e das medidas de área superficial, volume e diâmetro de poros evidenciam o efeito da quantidade de catalisador influencia nas características do material obtido.

Conclusões

Através das análises realizadas conclui-se que a concentração de amônia pode ser utilizada como ferramenta para controle da morfologia de nanopartículas de sílica. O tamanho e o formato das partículas serão avaliados por MET.

Agradecimentos

Ao CNPq pela bolsa concedida, à FAPESP e CAPES pelo apoio financeiro.

¹ M. E. Llanos; T. Lopez and R. Gómez, *Langmuir* **1997**, 13, 974-978