

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO pH NA PREPARAÇÃO DE ZIRCÔNIA NANOCRISTALINA POR SOL-GEL

Venina dos Santos^{1*} (PG/PQ), Mara Zeni¹ (PQ), Ricardo Thomé da Cruz² (PG), Carlos Pérez Bergmann² (PQ), João Marcos Hohemberger³ (PQ) - [*vsantos2@ucs.br](mailto:vsantos2@ucs.br)

¹Departamento de Física e Química, Centro de Ciências Exatas e Tecnologia, Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, RS.

²Departamento de Materiais, Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS.

³Universidade Federal do Pampa, Bagé, RS.

Palavras Chave: zircônia nanocristalina, sol-gel, tetragonal.

Introdução

As propriedades físicas e químicas de materiais nanométricos são de interesse e crescente importância para futuras aplicações tecnológicas.

A zircônia existe em três formas estáveis: monoclinica em temperaturas até 1170°C; tetragonal entre 1170°C e 2370°C e cúbica para temperaturas acima de 2370°C até o ponto de fusão (2680°C)¹.

A química do processo sol-gel é baseada na hidrólise e condensação de precursores moleculares^{2,3}.

Neste trabalho são analisadas a distribuição de tamanho de partículas e tamanho de cristalitos de pós de zircônia, fase tetragonal, sintetizadas por sol-gel em função do pH das soluções.

Resultados e Discussão

As sínteses de zircônia usando o método sol-gel, foram preparadas a partir de 7,65 mmol de *n*-propóxido de zircônio (Du Pont), diluídas em 54,34 mmol de etanol (Synth), com variação de pH, proporção de água controlada e agitação constante a 26°C. No estudo da influência do meio, nas reações de hidrólise, foram testadas três condições, onde foi variado o pH do sistema. Para pH ácido foi usado ácido nítrico (Quimex), hidróxido de amônio (Synth) para pH básico e para pH neutro água destilada. As amostras obtidas foram calcinadas a distintas temperaturas e caracterizadas.

Os resultados das análises termogravimétricas e termodiferenciais dos pós de ZrO₂ sintetizados a partir das soluções em pH diferentes, mostraram-se muito semelhantes.

O difratograma dos pós de zircônia calcinados obtidos em meio neutro apresentou a fase metaestável da ZrO₂ tetragonal a partir de 400°C permanecendo estável até a temperatura de 600°C. A 700°C surge a fase monoclinica e a fase tetragonal tende a desaparecer. Em meio ácido e básico, observa-se a presença da fase tetragonal a partir de 500°C. Foi verificado que o tamanho de cristalito é menor em meio neutro (estimado em 24nm a 600°C)

e maior em meio ácido (~39nm a 600°C), com o aumento da temperatura.

A fase tetragonal pode ser estabilizada a alta temperatura⁴. A estabilização da fase tetragonal em temperaturas inferiores, 400 e 500°C, segundo Garvie⁵, é resultado do pequeno tamanho de cristalito decorrente da minimização da energia de superfície.

A Figura 1 apresenta imagem por Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) de amostra de zircônia obtida em meio ácido a 500°C.

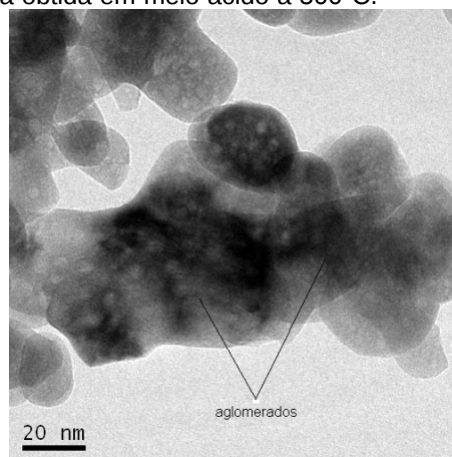


Figura 1. Micrografia da amostra de zircônia (MET) obtida em meio ácido a 500°C (magnificação 80000X).

Conclusões

A obtenção de zircônia nanoestruturada por sol-gel variou significativamente em função do pH da solução com os precursores utilizados. Em pH neutro foi obtida zircônia tetragonal com temperatura de 400°C, enquanto que em meio ácido e básico foi com temperatura de 500°C.

Agradecimentos

Apoio: UCS e UFRGS.

¹Bressiani, J. C.; Bressiani, A. H. A., *Inf. INT*, **1988**, 20, 41.

²Shukla, S.; Seal, S., *Rev. Adv. Mater. Sci.*, **2003**, 5, 117-120.

³Chow, G.M.; Noskova, N.I., *Nanostructured Materials, Science and Technology*, Kluwer, Netherlands, **1998**, 319-333.

⁴G. Stefanic and A. Music: *Croat. Chem. Acta*, **2002**, 75, 727-767.

⁵Z. Zhan; H. C. Zeng, *J. Non-Cryst. Solids*, **1999**, 243, 26.