

# Vitrocerâmicas transparentes luminescentes no infravermelho próximo dopadas com íons terras-raras preparadas via sol-gel.

Rogéria R. Gonçalves<sup>1</sup> (PQ)\*, Ádamo R. V. Remonte<sup>1</sup> (PG), Jefferson Luis Ferrari<sup>1</sup> (PG), Lauro J. Queiroz Maia<sup>2</sup> (PQ) e Sidney J. L. Ribeiro<sup>2</sup> (PQ)

\*rrgoncalves@ffclrp.usp.br

1: Departamento de Química, Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Av. dos Bandeirantes 1900 CEP 14040-901, S.P. Brasil; 2: Instituto de Química, Departamento de Química Inorgânica, Laboratório de Materiais Fotônicos, UNESP, Araraquara, S.P. Brasil

Palavras Chave: Vitrocerâmicas, sol-gel, terras-raras, érbio, sílica.

## Introdução

Vitrocerâmicas são materiais preparados por um controle na cristalização de vidros, onde a porcentagem residual de material amorfo é menor que 50%. Este trabalho reporta a síntese, estudo estrutural e espectroscópico de vitrocerâmicas transparentes a partir do sistema  $(100-x) \text{SiO}_2-x \text{ZrO}_2$  onde  $x = 10, 15, 20$  e  $25$  % em mol, dopadas com íons  $\text{Er}^{3+}$  obtidas por processo sol-gel.

## Resultados e Discussão

As soluções de partida<sup>1</sup>, obtidas a partir de uma mistura de TEOS (tetraetilortossilicato, Fluka, >98,0%), água deionizada, ácido clorídrico (Synth, 36,5-38%) como catalisador e etanol (Synth, 98,5%), foi mantida por 1h a 65°C sob agitação para promover uma pré-hidrólise. A razão molar entre TEOS:HCl:EtOH:H<sub>2</sub>O foi de 1:0,01:37,9:2. Uma suspensão coloidal alcoólica foi preparada usando como precursor  $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  (Fluka, 99,0%) e adicionada à solução de TEOS, com uma razão molar de Si/Zr de 90/10, 85/15, 80/20 e 75/25. Os materiais dopados com  $\text{Eu}^{3+}$  e  $\text{Er}^{3+}$  foram preparados da mesma maneira, embora o íon terra-rara foi adicionado a partir de solução etanólica previamente padronizada, obtendo-se uma razão molar de 0,3% em mol de  $\text{Er}^{3+}$  em relação ao número total de mols de Si+Zr. As soluções finais foram deixadas à temperatura ambiente e sob agitação por 16 horas. Os sóis foram mantidos em repouso à temperatura ambiente até total evaporação do solvente, obtendo-se ao final, monolitos transparentes a base de  $\text{SiO}_2$ - $\text{ZrO}_2$  puros e/ou dopados. Estas amostras sólidas foram submetidas a tratamentos térmicos nas temperaturas de 900, 1000 e 1100 °C em períodos de 2, 4 e 8 h. Estas amostras foram caracterizadas por espectroscopia de absorção na região do infravermelho (FTIR), difratometria de raios-X (DRX), microscopia eletrônica de transmissão (MET) e espectroscopia eletrônica de emissão. Formação de nanocristalitos dispersos numa matriz amorfa e o cálculo do tamanho de partículas foram obtidos por medidas de microscopia eletrônica de transmissão (MET) (vide figura 1). Os nanocompósitos apresentam

31ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química.

nanocristais de óxido de zircônio tetragonal ou mistura de fase tetragonal e monoclinica (<10 nm) variando a composição e temperatura de tratamento térmico. O aparecimento da fase monoclinica foi evidenciado nas amostras contendo maior concentração de  $\text{ZrO}_2$  tratadas a mais alta temperatura.

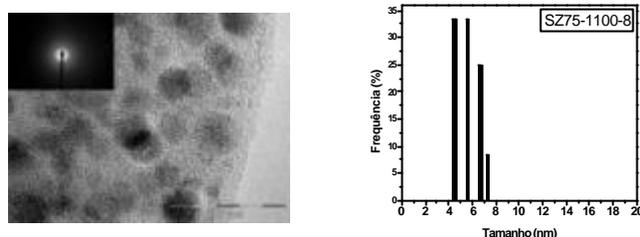


Figura 1. (a) imagem de MET da amostra SZ75-1100-8, (b) histograma da distribuição de partículas de  $\text{ZrO}_2$  dispersas em matriz de sílica.

A figura 2 mostra os espectros normalizados de fotoluminescência transição  $^4I_{13/2} \rightarrow ^4I_{15/2}$  do íon  $\text{Er}^{3+}$  na amostra SZ75 tratada a 900, 1000 e 1100°C durante 8 horas. Todos os compostos exibiram emissão com um máximo em 1,54  $\mu\text{m}$  e largura de banda de 30 nm.

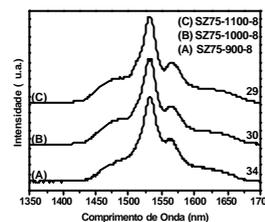


Figura 2. Espectro de fotoluminescência para o  $\text{Er}^{3+}$  com excitação em 488 nm para a amostra SZ75.

## Conclusões

Vitrocerâmicas transparentes luminescentes na região do infravermelho próximo, com emissão em 1,54  $\mu\text{m}$  com potencial aplicação em fotonica foram preparadas e caracterizadas.  $\text{ZrO}_2$  (fase tetragonal ou monoclinica) com tamanho de partícula menor que 10,0 nm dispersos numa rede de silicato foram identificados.

## Agradecimentos

*Sociedade Brasileira de Química (SBQ)*

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

---

<sup>1</sup> Gonçalves, R. R. et al., *App. Phys. Lett.* **2002**, 81, 28.