

Obtenção de monolitos de sílica híbrida orgânica-inorgânica impregnada com nanopartículas de maghemita.

Lucas Hoffmann G. Kalinke¹ (IC)*, Ana Rita Pereira² (PQ), Patrícia P. C. Sartoratto¹(PQ).
lucas_kalinke@yahoo.com.br

¹Instituto de Química, Universidade Federal de Goiás, Goiânia-GO 74001-970, Brasil.

²Departamento de Física, Campus Catalão, Universidade Federal de Goiás, Catalão-GO, Brasil.

Palavras Chave: nanocompósito, sílica híbrida, maghemita.

Introdução

Nanopartículas magnéticas dispersas em matrizes não magnéticas são sistemas interessantes para aplicações em dispositivos ópticos, desde que apresentem prioritariamente boa transparência e grande variação da magneto-transmissividade.¹ Recentemente, relatamos uma metodologia baseada no método sol-gel para preparação de nanocompósitos de maghemita-sílica na forma de monolitos íntegros livres de trincas e.² Neste trabalho, a metodologia anteriormente desenvolvida foi empregada para a preparação de compósitos de maghemita em matriz de sílica híbrida orgânica-inorgânica, visando a obtenção de compósitos mais facilmente processáveis na forma de monolitos ou filmes. Os precursores γ -glicidoxipropiltrimetoxissilano (GPTS) e tetraetoxissilano (TEOS) foram utilizados na obtenção dos compósitos.

Resultados e Discussão

Nanopartículas de magnetita foram obtidas pelo método da co-precipitação de íons Fe(II) e Fe(III) em meio alcalino e, posteriormente, oxidadas a maghemita. As nanopartículas de maghemita (7 nm) foram dispersas em água resultando em uma dispersão coloidal estável ($\sim 9 \times 10^{16}$ partículas/mL). As seguintes etapas foram realizadas na preparação dos compósitos: (i) hidrólise dos alcóxidos na proporção molar de 1(GPTS+TEOS):12H₂O:0,12HCl a 70°C por 30 minutos, (ii) resfriamento e adição de solução de amônia até pH=4, (iii) adição da dispersão coloidal de maghemita (500 μ L) na mistura sol-gel pré-hidrolisada, (iv) colocação do sol de sílica (3 mL) em frascos cilíndricos de teflon para formação do gel e posterior secagem/envelhecimento do gel a temperatura ambiente por 15 dias, (v) tratamento térmico por 1 hora nas temperaturas de 50, 70 e 100°C, utilizando-se taxa de aquecimento de 1°C/min. Foram preparados compósitos utilizando-se diferentes proporções molares de TEOS e GPTS: 100%TEOS, 100% GPTS, 25% GPTS, 50% GPTS e 75% GPTS.

Dois conjuntos de experimentos foram realizados, os quais diferiram entre si em relação à etapa de hidrólise dos alcóxidos de silício. No procedimento (1) o GPTS foi pré-hidrolisado por 30 minutos e depois o TEOS foi adicionado à mistura; no procedimento (2), GPTS e TEOS foram hidrolisados simultaneamente.

Na figura 1, nota-se que à medida que a quantidade de GPTS foi aumentada no material, o monolito diminuiu menos de diâmetro durante as etapas de

envelhecimento e secagem do gel. A presença da cadeia orgânica do GPTS promove menor conectividade à rede de sílica e maior volume livre.

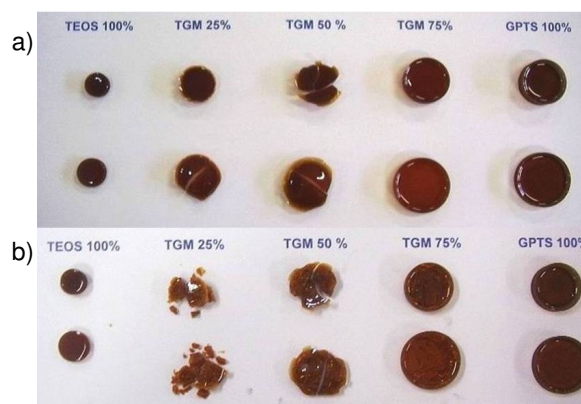


Figura 1. Fotografia dos compósitos (duplicatas) obtidos pelo procedimento (1): a) antes e b) após o tratamento a 100 °C.

Após o tratamento térmico apenas os compósitos TEOS 100% e GPTS 100% se apresentaram como monolitos íntegros. Nos compósitos obtidos utilizando-se misturas de TEOS e GPTS, pode ter ocorrido formação de domínios ricos em unidades [SiO₄] ou [RSiO₃]. Os materiais obtidos foram também caracterizados por difração de raios X, espectroscopia de infravermelho e ressonância magnética eletrônica.

Conclusões

Compósitos de maghemita em matriz de sílica híbrida orgânica-inorgânica foram obtidos por metodologia sol-gel empregando-se GPTS e TEOS. Apenas os compósitos TEOS100% e GPTS100% resultaram em monolitos íntegros adequados para caracterização óptica. Esses compósitos apresentaram frações volumétricas de maghemita diferentes devido à diferença no percentual de encolhimento dos géis. O estudo dos compósitos por ressonância magnética eletrônica fornece informações importantes para caracterização das interações magnéticas partícula-partícula¹.

Agradecimentos

CNPq, FUNAPE.

¹Pereira, A R. Journal of Applied Physics. **2006**, 100, 086110.

²Sartoratto, P. P. C. et al. In 31^o. Reunião Anual da SBQ, Águas de Lindóia, **2008**, QM-139.