

# Síntese e caracterização do xerogel do óxido de tungstênio suportado em esferas de sílica pelo método Stöber adaptado

Aline T. Bolsoni<sup>1</sup> (PG)\*, Jane Karla F.B. Machado<sup>1</sup> (PG), Herenilton P. Oliveira<sup>1</sup> (PQ)

<sup>1</sup>Depto. de Química, FFCLRP, USP – Av. Bandeirantes 3900, Ribeirão Preto, SP, 14040-901, Brasil  
alinetb@pg.ffclrp.usp.br

Palavras Chave: óxido de tungstênio, sílica, sol-gel.

## Introdução

Considerando o fato que partículas esféricas de sílica podem atuar como suporte para diferentes compostos oferecendo muitas oportunidades para desenvolver novos materiais, um método para recobrir a superfície da sílica com xerogel de óxido de tungstênio foi desenvolvido [1]. O xerogel de WO<sub>3</sub> foi escolhido devido às suas propriedades semicondutoras e também sua estrutura lamelar bidimensional, o qual favorece a intercalação de uma grande variedade de cátions e moléculas. Neste contexto, reportamos um método simples e eficiente para preparar esferas de sílica recobertas pelo xerogel de WO<sub>3</sub> via o processo de Stöber adaptado.

## Resultados e Discussão

A síntese deste material consiste em duas etapas. Primeiro, obtém-se o gel de WO<sub>3</sub> pela percolação de uma solução 0,5 mol.l<sup>-1</sup> de tungstato de sódio numa coluna de troca iônica condicionada na forma ácida. Em seguida, prepara-se uma solução de pré-hidrólise pela mistura de metiltrietóxissilano (MTES), etanol, água e ácido clorídrico (HCl), sob agitação por quatro horas. Após esta etapa, adiciona etanol, água e HCl e mantém sob agitação por 24 horas. Ao final adiciona o gel de WO<sub>3</sub>, o sistema é mantido sob agitação por 24 horas. Após cinco dias de repouso obtém o xerogel WO<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub>.

Nos difratogramas de raios-X (Figura 1), observamos que os picos de difração do gel WO<sub>3</sub> (Figura 1a) estão presentes também no óxido suportado em sílica e podem ser indexados com as mesmas reflexões observadas no xerogel WO<sub>3</sub>. Além disso, observa-se um aumento da intensidade dos picos após a reação com SiO<sub>2</sub>. Com base neste padrão de difração, podemos concluir que o xerogel de WO<sub>3</sub> foi disperso na superfície de sílica, com manutenção da estrutura lamelar do mesmo [1].

O espectro de IV-TF do composto WO<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> (figura 2) apresenta uma banda em 900 cm<sup>-1</sup> referente aos modos vibracionais da ligação Si-H, enquanto que a banda larga localizada entre 1020 e 1100 cm<sup>-1</sup> pode ser atribuída ao estiramento assimétrico das ligações de sílica (Si-O-Si e Si-O-C). Além disto, estas bandas também estão relacionadas aos modos vibracionais do grupo W=O. Assim, há coexistência tanto de espécies de sílica quanto de tungstênio isoladas, evidenciada

pela presença de uma banda na região entre 910 cm<sup>-1</sup> e 1020 cm<sup>-1</sup> [2].

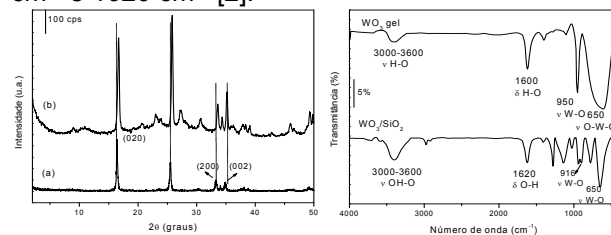


Figura 1: DRX dos compostos (a) WO<sub>3</sub> gel e (b) WO<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub>

Figura 2: IV-TF dos compostos (a) WO<sub>3</sub> gel e (b) WO<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub>

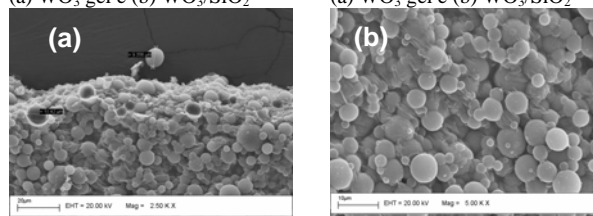


Figura 3: MEV do composto WO<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub>.

As imagens de microscopia eletrônica de varredura (Figuras 3a e 3b) mostram partículas esféricas de sílica formadas durante a síntese. As esferas de sílica apresentam um diâmetro entre 5 e 15 μm e nota-se que estas partículas estão parcialmente recobertas por um filme irregular e rugoso formado pela rede de cadeias do xerogel de WO<sub>3</sub>. A primeira vista, a sílica atua como um *template*, onde se forma uma fina camada de xerogel de WO<sub>3</sub> sobre a superfície apresentando a mesma estrutura bidimensional e as propriedades lamelares do filme de WO<sub>3</sub> livre. Estes resultados estão de acordo com os dados observados no DRX e IV-TF.

## Conclusões

Com base nos estudos de caracterização deste composto, pode-se afirmar que o procedimento de síntese adotado é simples e uma alternativa de baixo custo para a preparação de compostos contendo óxidos de metais de transição em matrizes inorgânicas, proporcionando assim a obtenção de novos materiais com possíveis aplicações como sensores e catalisadores.

## Agradecimentos

CAPES e CNPq

<sup>1</sup>Barbosa G.N., Bolsoni A.T., Oliveira H.P. *Journal of non-crystalline solids*, 2008, 30, 3548

<sup>2</sup>Barbosa G., Oliveira H., *J. Now-Crystalline Solids*, 2006, 352, 3009.