

Preparação de silicatos de metais alcalinos terrosos dopados com Európio(III) utilizando síntese via sol-gel.

Diego A. Ceccato¹ (PG)*, Josiane A. Sobrinho² (IC), Agda E. de Souza(PG)², Ana Maria Pires² (PQ).
diegoceccato@gmail.com

¹Depto. Química e Ciências Ambientais. IBILCE – UNESP. R. Cristóvão Colombo 2265, 15054-000, S.J.R. Preto, SP.

². Depto. Física, Química e Biologia. FCT – UNESP. Caixa Postal 467, 19060-900, Presidente Prudente, SP.

Palavras Chave: Silicatos, terras raras, sol-gel.

Introdução

O sol-gel é um versátil processo de preparação de materiais ópticos transparentes a baixas temperaturas¹ e é usado na fabricação de filmes finos devido à formação de poros em suas estruturas, os quais podem originar sensores químicos e membranas seletivas^{2,3,4}. Já a preparação de óxidos através do processo sol-gel é baseada em reações de polimerização inorgânicas de alcóxidos de diversos metais^{5,6}. O objetivo deste trabalho foi a adaptação a partir de diferentes condições reacionais de uma rota sol-gel para obtenção de silicato de bário na forma gel partindo-se da estequiometria relativa à fase Ba₂SiO₄ e, a partir da melhor condição, preparar amostras luminescentes dopadas com Eu(III) a 1%.

Resultados e Discussão

Todas as amostras foram preparadas partindo-se de acetato de bário e tetraetoxisilano (TEOS) em álcool isopropílico, variando-se água ou ácido acético como catalisadores. Após dissolução do acetato em ácido acético e a adição de TEOS, as amostras foram deixadas sob agitação a temperatura ambiente ou a 50°C até a formação do gel, Tab. 1. Parte de cada amostra foi aquecida em estufa a 60°C / 2 h para evaporação do solvente, e o gel restante foi preservado. A amostra 2Ba1Si_1 se apresentou na forma de gel homogêneo, porém foi produzida com excesso de TEOS, não sendo adequada para atuar como padrão. O tempo de formação do gel variou entre 14 e 18 h, sendo que o acréscimo de água no meio reacional pode acelerar o processo de polimerização, o que será ainda melhor investigado. A amostra 2Ba1Si_3 obtida a temperatura ambiente e catalisada com ácido acético apresentou uma maior homogeneidade na fase gel, sendo esta a rota escolhida para o preparo

Tabela 1. Condições de preparo das amostras.

Amostra	Catalisador	Δ50°C	Fase gel
2Ba1Si_1	Ác.Acético	Sim	Sim
2Ba1Si_2	Ác. Acético	Sim	Não
2Ba1Si_3	Ác. Acético	Não	Sim
2Ba1Si_4	Água	Não	Não
2Ba1Si:Eu	Ác. Acético	Não	Sim

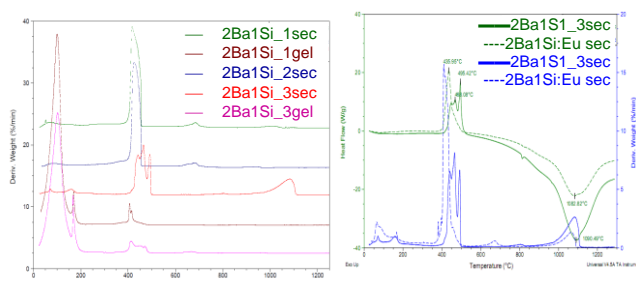


Fig. 1: Curvas DTA

Fig. 2: Curvas DSC

da amostra dopada. Os géis antes e após a secagem em estufa foram analisados termicamente, Figs.1 e 2. A amostra 2Ba1Si:Eu também foi caracterizada por espectroscopia de luminescência. Na Fig. 1 o pico em ~ 100 °C nas curvas dos géis 2Ba1Si_1 e 2Ba1Si_3 é devido à saída de ácido acético, ainda em excesso. Por volta de 400°C há a perda de matéria orgânica e formação de carbonato. No DSC da amostra 2Ba1Si:Eu, Fig.2, tanto o pico exo quando endotérmico estão deslocados, indicando que o Eu deve influenciar a polimerização do material e leva a um abaixamento da temperatura de formação da fase carbonato (436°C) e também silicato (1083°C). A amostra seca dopada é luminescente com transições características do Eu(III) em sítio de baixa simetria, já que o material formado seco deve ser uma mistura de fases.

Conclusões

A partir da variação das condições reacionais chegou-se a uma rota a qual levou com sucesso à gelificação do material, e, portanto, pôde-se obter tanto um gel quanto um precursor na forma de pó contendo Eu(III) com características luminescentes. Desta forma, é viável a perspectiva de utilização do gel ou mesmo do pó no desenvolvimento de filmes finos visando à modificação da superfície de substratos para possível aplicação em sensores químicos.

Agradecimentos

CAPES e CNPq, pelo apoio financeiro.

¹Gupta, R. et al. Biosensors e Bioelectronics, **2009**, 21, 549.

²Leray, I. et al. C. B.; Sensors and Actuators B, **1999**, 54, 243.

³Lobnik, A. et al. Analytica Chimica Acta, **1998**, 367, 159.

⁴D'Amico, A. et al. Sensors and Actuators B, **2000**, 65, 209.

⁵Nassar, E. J. et al. Journal of Alloys and Compounds, **2002**, 344, 221.

⁶Nassar, E. J.; Messaddeq, Y.; Ribeiro, S. J. Quím. Nova, **2002**, 25, 27.