

**Síntese e caracterização de  $ZrO_2:Ag$  pelo método hidrotérmico**Cássia V. Nova (PG)<sup>3</sup>, Elson Longo (PQ)<sup>2</sup>, Felton M. L. Pontes (PQ)<sup>1</sup>.

1- Departamento de Química, Faculdade de ciências. Unesp- Bauru.

2- Departamento de Química- Unesp-Araraquara.

3- Posmat – Unesp –Bauru.

[cassia\\_nova@hotmail.com](mailto:cassia_nova@hotmail.com)Palavras Chave:  $ZrO_2$ , Ag, Síntese, Hidrotermal**Introdução**

Nanoestruturas de  $ZrO_2$  tem sido estudadas devido as suas propriedades físicas e químicas vantajosas, tais como, ópticas, elétricas e catalíticas. Tendo assim, utilizações bem abrangentes, como, catálise, célula combustível, biocerâmica, sensores de oxigênio, entre outros. As aplicações estão diretamente ligadas a fase cristalográfica, a morfologia e ao tamanho das partículas de  $ZrO_2$ . Quando este composto é decorado com certos elementos químicos, especialmente metálicos, como ferro, prata, alumínio, apresentam propriedades singulares, como catalisadores, bactericidas e fungicidas.

Diversas técnicas são utilizadas para a síntese deste composto como síntese eletroquímica, sol-gel e síntese hidrotérmica.

Utilizou-se neste trabalho a síntese hidrotérmica, devido à capacidade de controlar a morfologia, a fase e a homogeneidade das amostras, bem como obter uma síntese de baixo custo, rápida e que não gere resíduos tóxicos para o meio ambiente.

Neste trabalho foi estudado como os parâmetros temperatura e concentração influenciam nas nanoestruturas de  $ZrO_2:Ag$ . Os reagentes utilizados foram água destilada, butóxido de zircônio, peróxido de hidrogênio e nitrato de prata. Foram feitas as caracterizações de Difração de Raios X (DRX), Espectroscopia Vibracional na região do Infravermelho (FTIR), Espectroscopia no Ultravioleta Visível (UV/VIS), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), EDX e MET (Microscopia Eletrônica de Transmissão).

**Resultados e Discussão**

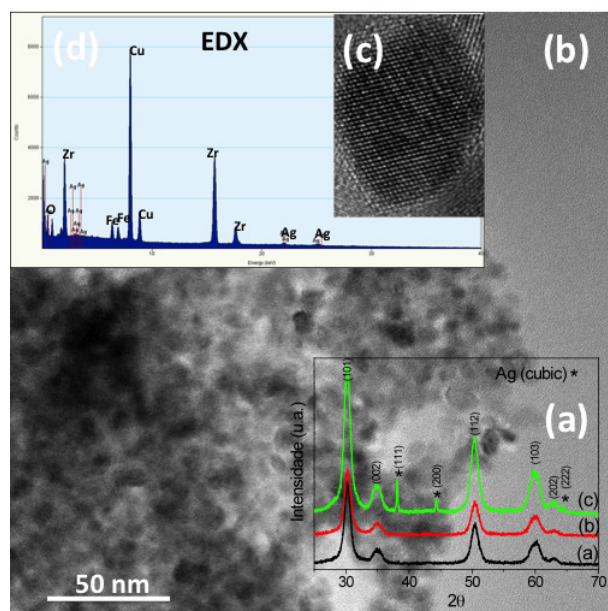
As sínteses foram realizadas com tratamento hidrotérmico a 200°C por 1h, além das concentrações de prata com 1% e 10% em massa.

Na análise de MET, observou-se que as partículas apresentaram tamanhos da ordem de 5-10nm.

A Figura 1 mostra que houve a formação de fase tetragonal nas amostras de  $ZrO_2$  pura,  $ZrO_2:Ag$  (1%) e  $ZrO_2:Ag$  (10%).

Observa-se no difratograma que a amostra  $ZrO_2:Ag$  (10%) apresenta picos característicos da prata (Cúbica - ficha JCPDF 893722). No entanto, na amostra  $ZrO_2:Ag$ (1%), não foi possível detectar prata por DRX. As análises por EDX mostraram a

presença da prata nas amostras. Nas imagens por HRTEM não revelou a presença de ilhas de prata. Ademais não houve alterações nos planos cristalinos do  $ZrO_2$  pura comparados com os  $ZrO_2$  com prata. A partir desta análise, confirmou-se que não houve a inserção da prata na rede do  $ZrO_2$ . Possivelmente a prata deva estar adsorvida na superfície das nanopartículas de  $ZrO_2$  como unidade de clusters de Ag.



**Figura 1-**(a) Difração de raios-X das amostras (a)  $ZrO_2$ , (b)  $ZrO_2:Ag$  1% e (c)  $ZrO_2:Ag$  10%.; (b) Imagem de MET do  $ZrO_2:Ag$ (10%); (c) Detalhe de uma nanopartícula de  $ZrO_2:Ag$ (10%); (d) EDX da imagem (b).

**Conclusões**

De acordo com os resultados obtidos, observamos que não ocorreu a inserção da prata na rede do  $ZrO_2$ . A análise de MET com EDX confirmou a presença da Ag na superfície do  $ZrO_2$ .

**Agradecimentos**

CAPES, CNPQ, POSMAT, CDMF/INCTMN

<sup>1</sup> Su, Y. Strong Adsorption of Phosphate by Amorphous Zirconium Oxide Nanoparticles, *Water Research*, 2013.

<sup>2</sup> Yan, Z.F; Phase transformation of Nanosized Zirconia. *Chinese Journal Of Structural Chemistry*. Vol.25, 2006.