

## REFERÊNCIAS

PASCHOALINO, M., GUEDES, N. C., JARDIM, W. MIELUARSKI, E., MIELCZARSKI, J. A., BOWEN, P., KIWI, L. Inactivation of E-coli mediated by high surface area CuO accelerated by light irradiation > 360 nm. Journal of Photochemistry and Photobiology a-Chemistry, v.199, n.1, Sep, p.105-111. 2008.

YANG, M. Q., HE, J. H. Fine tuning of the morphology of copper oxide nanostructures and their application in ambient degradation of methylene blue. Journal of Colloid and Interface Science, v.355, n.1, Mar, p.15-22. 2011.

---

## SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS ESFÉRICAS E MONODISPERSAS DE SÍLICA

\*Amanda Chiuzoli Silva<sup>1</sup>, Alessandra Carla Mendes<sup>2</sup>, Caue Ribeiro<sup>2</sup>, Elaine Cristina Paris<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP. <sup>2</sup>Embrapa Instrumentação, São Carlos, SP.

\*amanda.chiuzoli@yahoo.com.br

**Classificação:** Novos Materiais e Processos em Nanotecnologia e suas Aplicações no Agronegócio.

### Resumo

Nanopartículas de sílica (SiO<sub>2</sub>) ocupam uma posição de destaque na pesquisa científica e tecnológica em decorrência de suas aplicações industriais, como por exemplo no acabamento de têxteis, na remoção de contaminantes orgânicos da água residual ou até mesmo como carreadores de compostos ativos em fármacos. Nanopartículas esféricas e monodispersas de SiO<sub>2</sub> podem ser sintetizadas via método Stöber, o qual envolve a hidrólise e a policondensação de um alcóxido de silício (tetraetilortosilicato, TEOS) em etanol na presença de hidróxido de amônio. Parâmetros como a concentração de TEOS, água, amônia, solvente (etanol) e a temperatura da reação governam o tamanho e a distribuição das partículas. Neste trabalho, nanopartículas esféricas de sílica, com diâmetros variando de 35 a 280 nm e diferentes graus de aglomeração, puderam ser obtidas variando-se a proporção entre água e etanol em um sistema reativo contendo TEOS e uma mistura de água/etanol como solvente. O tamanho de partículas foi analisado por microscopia eletrônica de varredura com fonte de emissão de campo (MEV-FEG) e espalhamento dinâmico de luz (DLS).

**Palavras-chave:** Nanopartículas de sílica; Método de Stöber

### SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF SPHERICAL AND MONODISPERSED SILICA NANOPARTICLES

#### Abstract

Silica nanoparticles (SiO<sub>2</sub>) occupy a prominent position in scientific and technological research due to their industrial applications, such as the chemical finishing of textiles, the removal of certain organic contaminants from wastewater, as well as the potential in drug delivery. Monodisperse and spherical silica nanoparticles can be synthesized via Stöber method, which involves hydrolysis and polycondensation of tetraethylorthosilicate (TEOS) under alkaline conditions in ethanol. Parameters, such as the concentration of TEOS, ammonia, water, solvent (ethanol) and the reaction temperature govern the particle size and size distribution. In this work, spherical SiO<sub>2</sub> nanoparticles, with diameters ranging from 35 to 280 nm and different degrees of agglomeration could be obtained just by changing the ethanol/water ratio in a reactive system containing tetraethylorthosilicate (TEOS) and ethanol/water mixture as solvent. The particle size was examined by field emission scanning electron microscopy (FEG-SEM) and dynamic light scattering (DLS).

**Keywords:** Silica nanoparticles; Stöber method

## 1 INTRODUÇÃO

Em 1968, Stöber *et al.* (1) introduziu um método para a preparação de partículas esféricas e

monodispersas de sílica, o qual envolve a hidrólise e condensação de um alcóxido metálico, como o tetraetilortosilicato (TEOS) em etanol na presença de hidróxido de amônio. Após este estudo pioneiro envolvendo o método sol-gel, muitos estudos têm sido realizados nesta área. Este método tem sido bastante utilizado na síntese de nanopartículas devido à sua habilidade em controlar a morfologia, o tamanho e a distribuição destas partículas através do monitoramento dos parâmetros de síntese (2, 3). Neste contexto, os estudiosos da área acreditam que a concentração de TEOS, água, amônia, solvente (etanol) e a temperatura da reação são parâmetros que governam o tamanho e a distribuição das partículas de sílica. Dependendo das condições reacionais, a condensação pode levar à formação de um gel com estrutura tridimensional (monolito) ou à formação de partículas esféricas regulares e monodispersas.

A formação das partículas pode ser dividida em dois estágios: nucleação e crescimento, processos que são fortemente correlacionados com as taxas de hidrólise e condensação do TEOS. A competição entre os processos de nucleação é fortemente influenciada pela razão água/etanol. Sendo assim, o objetivo deste projeto foi avaliar a influência desta razão no tamanho final das partículas de  $\text{SiO}_2$ .

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Uma variação do método Stöber com diferentes proporções entre água/etanol foi usada na síntese de nanopartículas de sílica.  $(50-x)$  ml de etanol,  $x$  ml de água ( $x = 0, 10, 20$  e  $30$ ), 3 ml de hidróxido de amônio (28%) e 1.5 ml de TEOS foram misturados e mantidos em agitação magnética por 1h. As proporções molares podem ser vistas na Tabela 1. Os experimentos foram realizados em temperatura ambiente. A solução resultante foi submetida a um processo de centrifugação com lavagens de etanol. Após a realização de três etapas de centrifugação, as partículas de sílica resultantes do processo de condensação foram congeladas e posteriormente liofilizadas.

O tamanho das partículas foi analisado por microscopia eletrônica de varredura com fonte de emissão de campo (MEV-FEG) e espalhamento dinâmico de luz (DLS).

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 mostra as imagens obtidas por MEV-FEG considerando diferentes proporções molares entre água/etanol, as quais podem ser vistas na Tabela 1. As proporções molares entre etanol/TEOS, assim como o valor do diâmetro médio ( $D_m$ ) das partículas, determinado a partir das imagens, também estão apresentadas nesta tabela. As imagens mostram que foi possível obter nanopartículas de sílica esféricas e monodispersas, com distribuição regular de tamanho cujos diâmetros variam de 35 a 280 nm.

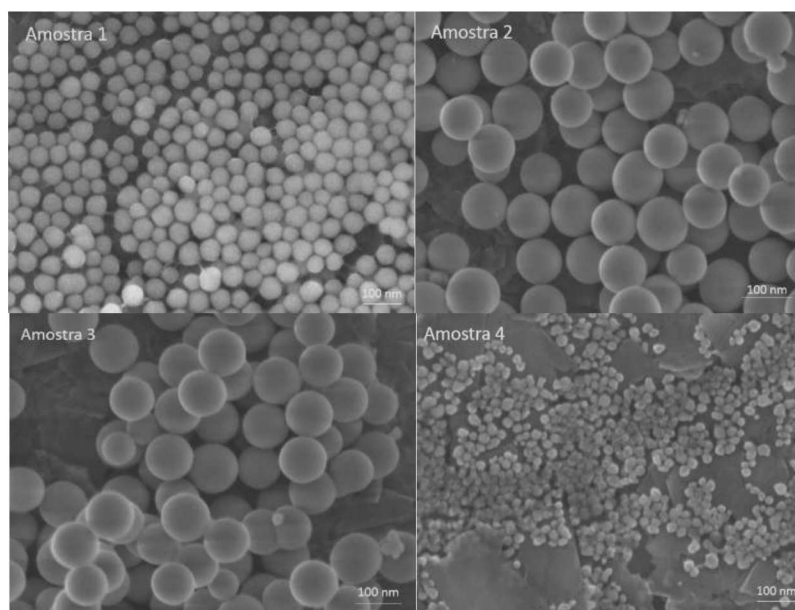
**Tabela 1.** Valores do diâmetro médio das nanopartículas de  $\text{SiO}_2$ , variando-se os parâmetros de síntese

| Amostra      | Proporção molar<br>Água/Etanol | Proporção molar<br>Etanol/TEOS | $D_m$ (nm) <sup>a</sup> | $D_H$ (nm) <sup>b</sup> |
|--------------|--------------------------------|--------------------------------|-------------------------|-------------------------|
| 1 ( $x=0$ )  | 0                              | 128                            | 110 +/- 30              | 189                     |
| 2 ( $x=10$ ) | 0,9                            | 102,3                          | 260 +/- 20              | 322                     |
| 3 ( $x=20$ ) | 2,2                            | 76,6                           | 280 +/- 40              | 289                     |
| 4 ( $x=30$ ) | 4,9                            | 51                             | 35 +/- 5                | 534                     |

<sup>a</sup>  $D_m$  corresponde ao diâmetro médio determinado a partir das imagens de MEV-FEG

<sup>b</sup>  $D_H$  corresponde ao diâmetro determinado por DLS

Medidas de DLS fornecem uma estimativa do tamanho das nanopartículas com base no espalhamento da luz. Nesta técnica, o valor encontrado para  $D_H$  pode ser influenciado pela presença de aglomerados. Observando os resultados apresentados na Tabela 1, para a maioria das amostras o valor de  $D_H$  é comparável ao valor de  $D_m$ . No entanto, para a amostra 4 o valor de  $D_H$  é muito maior que o valor de  $D_m$ , resultado que pode estar associado a um maior estado de aglomeração.



**Figura 1.** Micrografias obtidas por MEV-FEG das amostras listadas na Tabela 1

#### 4 CONCLUSÃO

Os resultados mostram que foi possível obter nanopartículas de  $\text{SiO}_2$  com diferentes diâmetros e graus de aglomeração apenas variando a proporção entre água/etanol em um sistema reativo contendo TEOS e uma mistura de água/etanol como solvente. Tais partículas serão modificadas quimicamente através do processo de silanização para que possam ser impregnadas em diferentes tecidos de algodão com o intuito de avaliar a impermeabilidade dos mesmos após a impregnação.

#### AGRADECIMENTOS

Gostaríamos de agradecer à EMBRAPA, CAPES, CNPq e à FINEP pelo suporte financeiro ao projeto.

#### REFERÊNCIAS

- [1] STÖBER, W.; FINK, A.; BOHN, E. Controlled growth of monodispersed spheres in the micron size range, *Journal of Colloid and Interface Science*, v. 26, p. 62-69, 1968.
- [2] BERRÚ, R.S.; SANIGER, J.M.; FLORES, J.; ESPÍNDOLA, M.S. Simple Method for the Controlled Growth of  $\text{SiO}_2$  Spheres. *Journal of Materials Science and Engineering A*. v. 3, n. 4, p. 237-242, 2013.
- [3] LIMPO, J.; RUBIO, J.; OTEO, J.L. Estudio por FT-IR de la hidrólisis del tetraetilortosilicato. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*. v. 32, n. 1, p.31-35, 1993.

---

### FOTOCATÁLISE DE PESTICIDAS EM ÁGUA PELO $\text{Nb}_2\text{O}_5$ HIDROTHERMAL

\*Érico Daniel Witzel dos Reis<sup>1</sup>, Luiz Ferreira Neves Junior<sup>1</sup>, Elaine Cristina Paris<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP. <sup>2</sup>Embrapa Instrumentação, São Carlos, SP.

\*ericodosreis@hotmail.com

**Classificação:** Novos Materiais e Processos em Nanotecnologia e suas Aplicações no Agronegócio.