

ISSN 2175-8395

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Embrapa Instrumentação
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento

**ANAIS DO VII WORKSHOP DA REDE DE
NANOTECNOLOGIA APLICADA AO AGRONEGÓCIO**

Maria Alice Martins
Odílio Benedito Garrido de Assis
Caue Ribeiro
Luiz Henrique Capparelli Mattoso

Editores

Embrapa Instrumentação
São Carlos, SP
2013

Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

Embrapa Instrumentação

Rua XV de Novembro, 1452
Caixa Postal 741
CEP 13560-970 - São Carlos-SP
Fone: (16) 2107 2800
Fax: (16) 2107 2902
www.cnpdia.embrapa.br
E-mail: cnpdia.sac@embrapa.br

Comitê de Publicações da Unidade

Presidente: João de Mendonça Naime
Membros: Dra. Débora Marcondes Bastos Pereira Milori
Dr. Washington Luiz de Barros Melo
Sandra Protter Gouvea
Valéria de Fátima Cardoso
Membro Suplente: Dra. Lucimara Aparecida Forato

Revisor editorial: Valéria de Fátima Cardoso
Capa - Desenvolvimento: NCO; criação: Ângela Beatriz De Grandi
Imagem da capa: Imagem de MEV-FEG de Titanato de potássio – Henrique Aparecido de Jesus
Loures Mourão, Viviane Soares

1ª edição

1ª impressão (2013): tiragem 50

Todos os direitos reservados.
A reprodução não-autorizada desta publicação, no todo ou em parte,
constitui violação dos direitos autorais (Lei no 9.610).
CIP-Brasil. Catalogação-na-publicação.
Embrapa Instrumentação

Anais do VII Workshop da rede de nanotecnologia aplicada ao agronegócio –
2012 - São Carlos: Embrapa, 2012.

Irregular
ISSN 2175-8395

1. Nanotecnologia – Evento. I. Martins, Maria Alice. II. Assis, Odílio Benedito Garrido de.
III. Ribeiro, Caue. IV. Mattoso, Luiz Henrique Capparelli. V. Embrapa Instrumentação.

© Embrapa 2013

SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE SiO₂ EM DIFERENTES CONDIÇÕES DE HIDRÓLISE

Amanda Chiuzoli Silva^{1,2}, Caue Ribeiro de Oliveira¹, Elaine Cristina Paris¹

¹Embrapa Instrumentação- São Carlos, SP, Brasil; caue.oliveira@embrapa.br

²Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, Brasil

Projeto Componente: PC5 **Plano de Ação:** PA5

Resumo

O presente trabalho consiste na síntese de nanopartículas de SiO₂ por intermédio do processo de hidrólise em solução aquosa, variando-se o pH do meio reacional. Nesta etapa, visou-se avaliar a influência das condições de síntese na obtenção das partículas de SiO₂.

Palavras-chave: Nanopartículas, Sílica, Hidrólise.

Introdução

A sílica (SiO₂), em geral, é obtida por síntese química na forma de esferas cujo tamanho pode ser variado segundo Oh e Hansung (2012), por isso a escolha do solvente adequado é de fundamental importância no processo. A etapa de remoção das moléculas de água com o término da reação de hidrólise é fundamental para controlar o processo de hidratação e a consequente obtenção das partículas de SiO₂ em suspensão.

Este trabalho teve como objetivo a síntese de nanopartículas de SiO₂ obtidas por intermédio da hidrólise do tetraetilortosilicato (TEOS) em uma mistura de água/etanol na presença de base ou ácido como catalisadores.

Materiais e Métodos

Foram realizados testes para obtenção de nanopartículas de sílica por intermédio de reação de hidrólise. Inicialmente, para a obtenção da sílica foram usados a mistura de 1:3 molar de TEOS e Água deionizada. Em temperatura ambiente e sob constante agitação 2,43 mL de água deionizada foram transferidos a um béquer sob constante agitação. Utilizou-se uma seringa para transferir o TEOS (10 mL) para o frasco reacional, que

permaneceu em agitação por 48 horas. Posteriormente, realizou-se novamente o mesmo procedimento, porém em hidrólise ácida e básica, utilizando-se o mesmo tempo em cada pH. Gotejou-se ácido clorídrico respectivamente até que o pH fosse controlado em 1, 2, 3 e 4. O mesmo procedimento foi realizado para a adição de hidróxido de amônio e consequente obtenção pHs 5, 6 e 7. Em todas as amostras o precipitado obtido foi lavado com etanol, centrifugado, posteriormente congelado e liofilizado.

Os pós obtidos foram caracterizados análise por intermédio de difração de raios X (DRX) para determinação das fases cristalinas, utilizando-se um difratômetro da Shimadzu, modelo XRD-6000, com radiação Cu Ka, empregando-se uma varredura de 0,02, uma velocidade de 2°C/min⁻¹ e 2θ variando de 5° a 75°. Para a determinação da forma, tamanho das partículas foi utilizado microscopia eletrônica de varredura com emissão de campo (MEV-FEG) em um microscópio Jeol, modelo JSM-6701F. Para as medidas de área superficial das partículas realizou-se análise pelo método BET (Brunauer Emmett e Teller), modelo ASAP 2000.

Resultados e discussão

Com a finalidade de verificar a formação de fases e as características estruturais das partículas de SiO₂ em diferentes condições de hidrólise, foi realizada caracterização por DRX das amostras (Fig.1). Pela análise dos resultados obtidos na Fig.1, pode-se observar somente a presença de um pico largo para todas as amostras, indicando que a sílica obtida apresenta estrutura desordenada à média e curta distância no retículo cristalino.

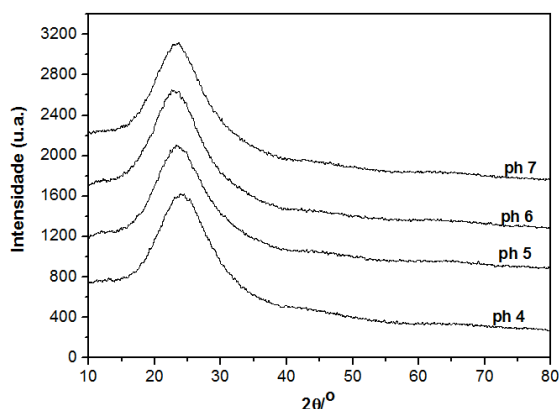


Fig. 1. Difratogramas de raios X das amostras de sílica obtidas em pHs variando de 4 a 7.

Tab 1. Valores de área superficial (AS) para as amostras de SiO₂ em diferentes pHs

Amostra	AS (m ² g ⁻¹)
pH 1	445.49
pH 2	451.63
pH 3	598.24
pH 4	646.72
pH 5	458.29
pH 7	370.44

Na Tab 1 estão descritos os resultados obtidos pelo método de Brunnaner-Emmett-Teller (BET) para as partículas de SiO₂ em diferentes pHs. Analisando-se esta tabela, pode-se observar um aumento da área de superfície (AS), quando ocorre um aumento dos valores de pH de 1 para 4. Para os

valores superiores de pH, observa-se uma diminuição dos valores de AS (Tabela 1).

As Fig 2 a e b ilustram as imagens de microscopia eletrônica de varredura com emissão de campo (MEV-FEG) para as amostras em diferentes pHs. Nota-se que tanto a amostra obtida em pH 1 quanto em pH 7 apresentam-se altamente aglomeradas, não sendo possível obter os valores de tamanho médio de partículas nestas condições empregadas para a aquisição das imagens.

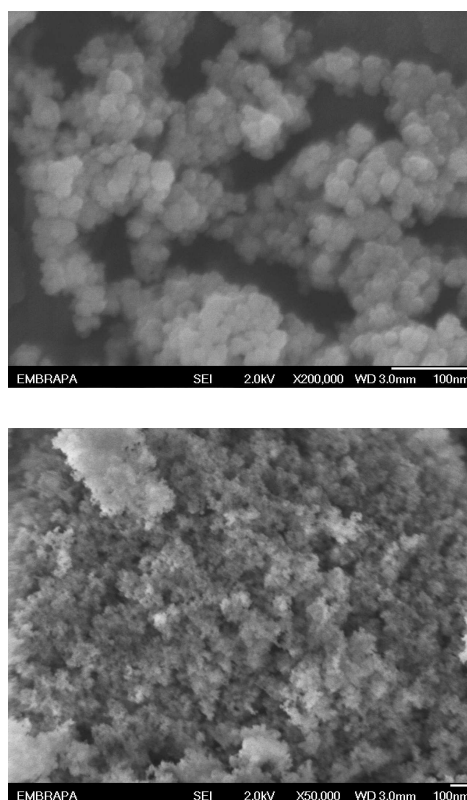


Fig. 2. Imagens obtidas por microscopia eletrônica das amostras de sílica em pH 1 (a) e em pH 7 (b).

Conclusões

Pela análise dos resultados iniciais do trabalho, pode-se concluir que foram obtidas nanopartículas de SiO₂ com estrutura desordenada e alto grau de aglomeração nos diferentes valores de pHs empregados.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, Finep, Capes e Projeto MP1 Rede Agronano – Embrapa.

Referências

O.H, J. G.; HANSUNG. K., Synthesis of core shell nanoparticles with a Pt nanoparticle core and a silica shell, in Dept. of Chemical and Biomolecular Engineering - Yonsei University, 262 Seongsanno, Seodaemun-gu, 120-749p.Seoul, Republic of Korea, 2012.