

Vitor Lacerda Maurício (Bolsista FAPESP)\*, Oswaldo Luiz Alves (Orientador)

LQES – Laboratório de Química do Estado Sólido, Instituto de Química, Unicamp

Palavras-Chave: Sol-gel – Cristais coloidais – Óxidos macroporosos.

### Introdução

- Sólidos macroporosos tridimensionalmente ordenados (3DOM) são de grande interesse para sistemas de catálise e dispositivos ópticos devido às suas dimensões e características estruturais e fotônicas;
- Podem ser obtidos facilmente utilizando-se de cristais coloidais (opalas) como template;
- Dentre os possíveis precursores, os alcóxidos oferecem uma via de síntese rápida e simples através do processo sol-gel.
- Dentre os materiais de interesse, destacam-se o estanho por suas propriedades semi-condutoras e o vanádio, especialmente por sua aplicabilidade em baterias.

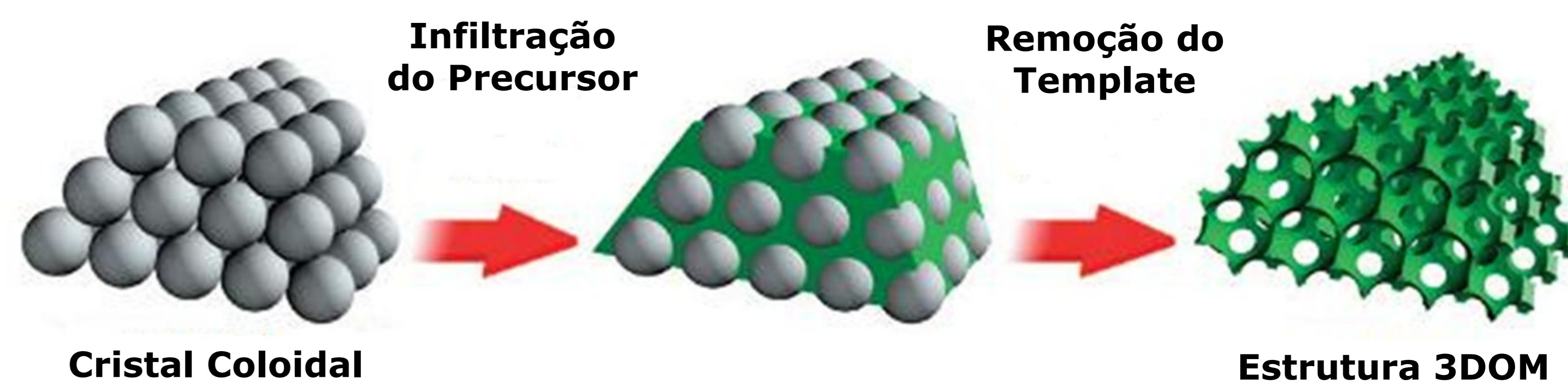


Figura 1 – Método de obtenção de sólidos 3DOM via cristal coloidal (Stein et al, 2008)

### Preparação dos cristais coloidais

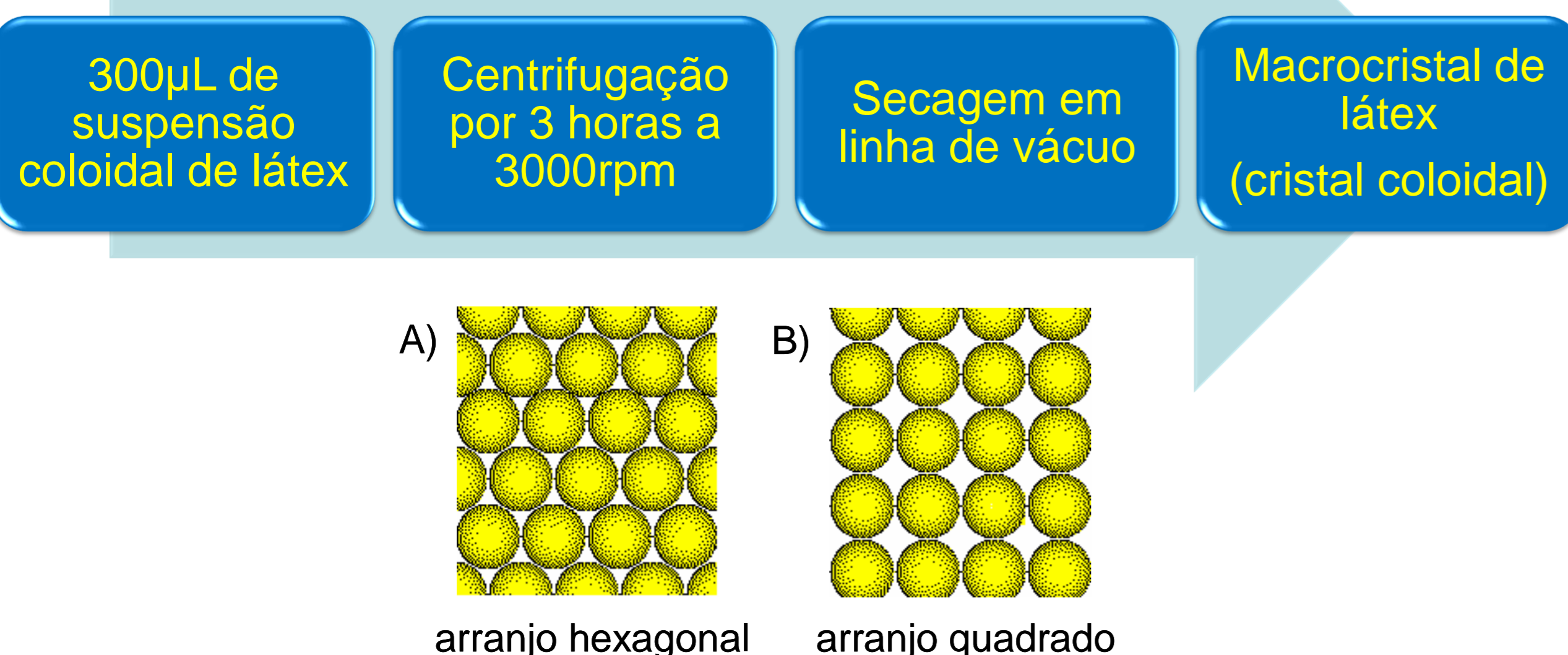


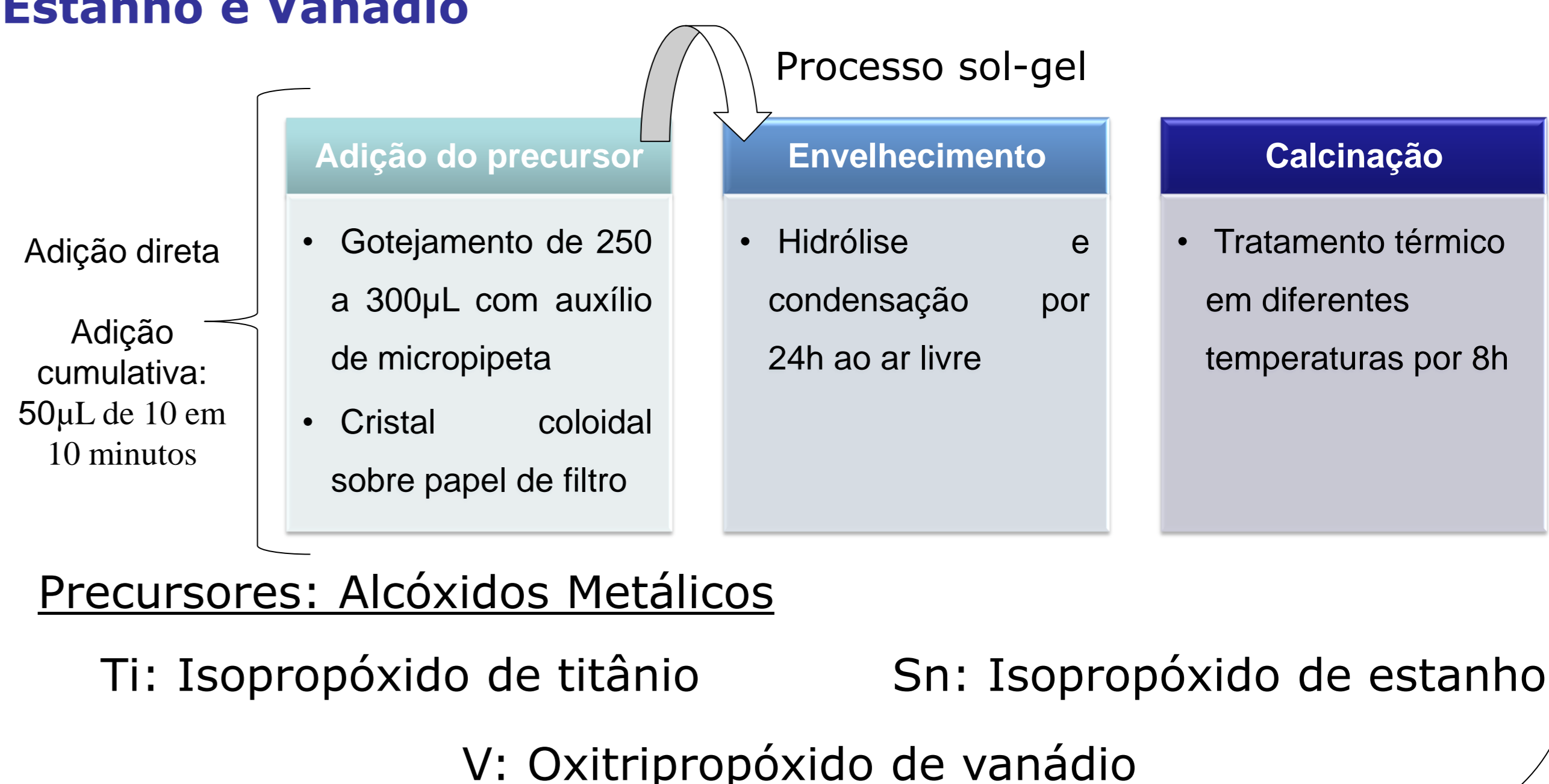
Figura 2 – Arranjos de esferas possíveis no plano. A) hexagonal, B) quadrado.

### Parte Experimental

#### Óxidos 3DOM – Titânio, Estanho e Vanádio

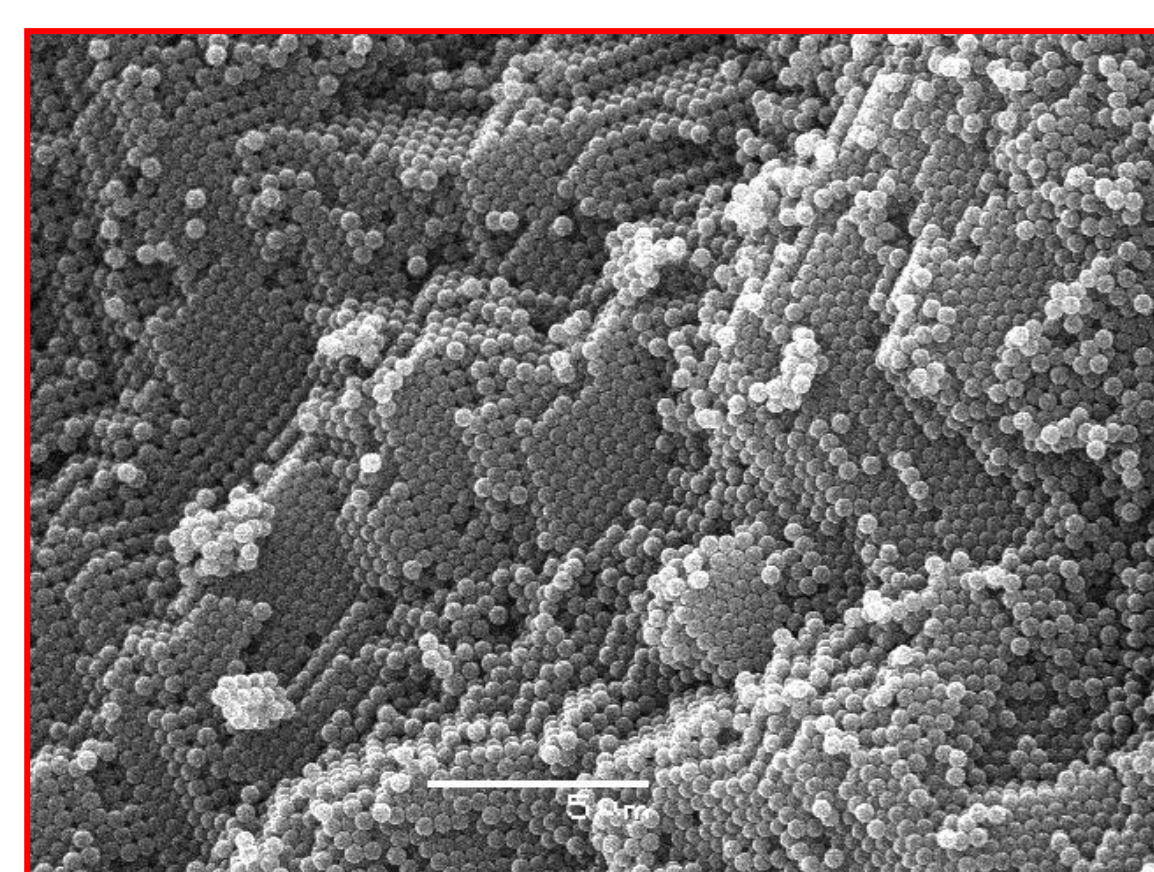


Figura 3 – Atmosfera controlada (argônio) em glovebox.

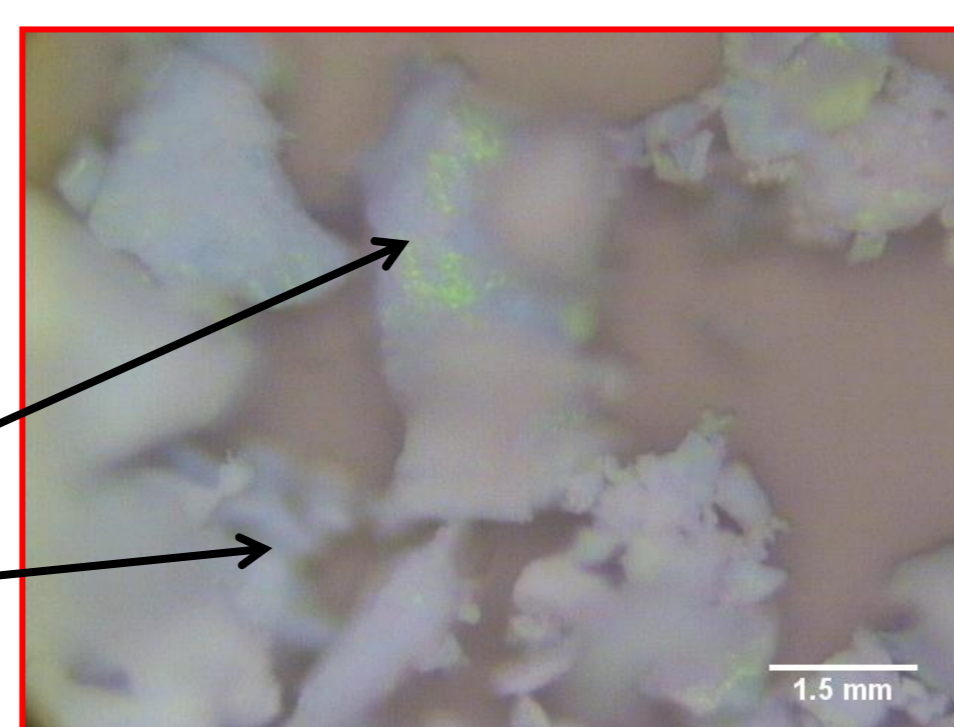


### Macrocrystal de látex

✓ Quando a estrutura tridimensional se forma, é possível observar o fenômeno da opalescência, que está relacionada à refração da luz no interior dos poros (lei de Bragg).



Opalescência



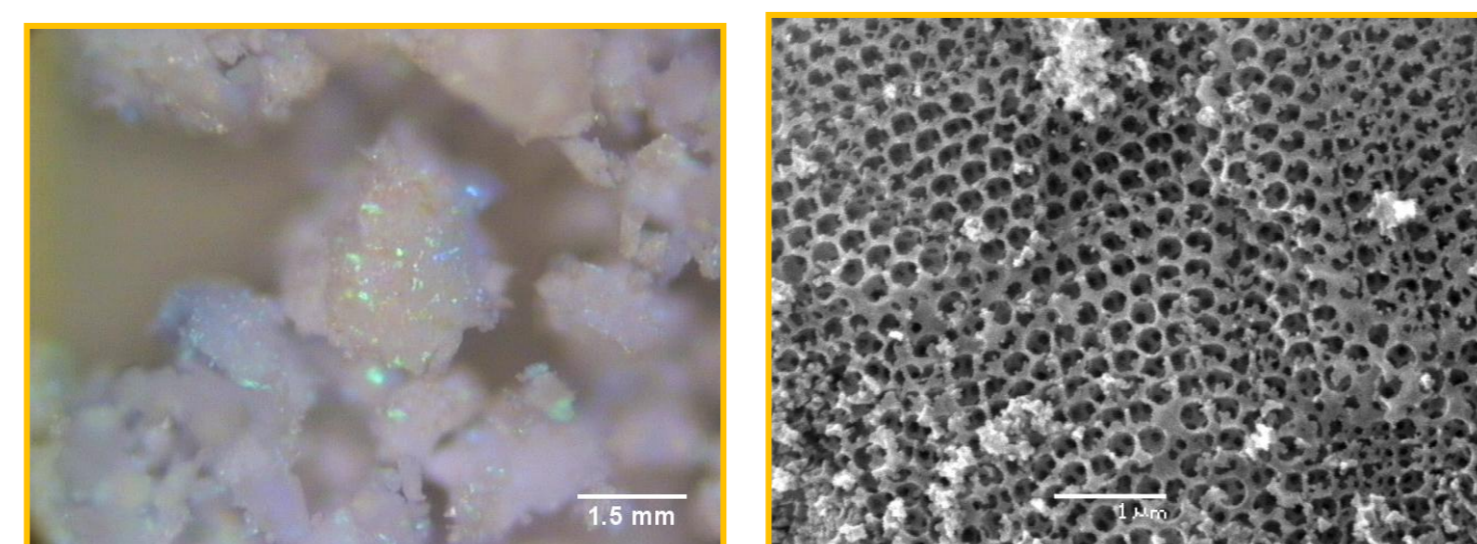
✓ Observando as amostras por microscopia eletrônica de varredura (MEV) é possível confirmar a formação da estrutura de opala, bem como identificar os diferentes arranjos de empacotamento.

### Óxido de titânio

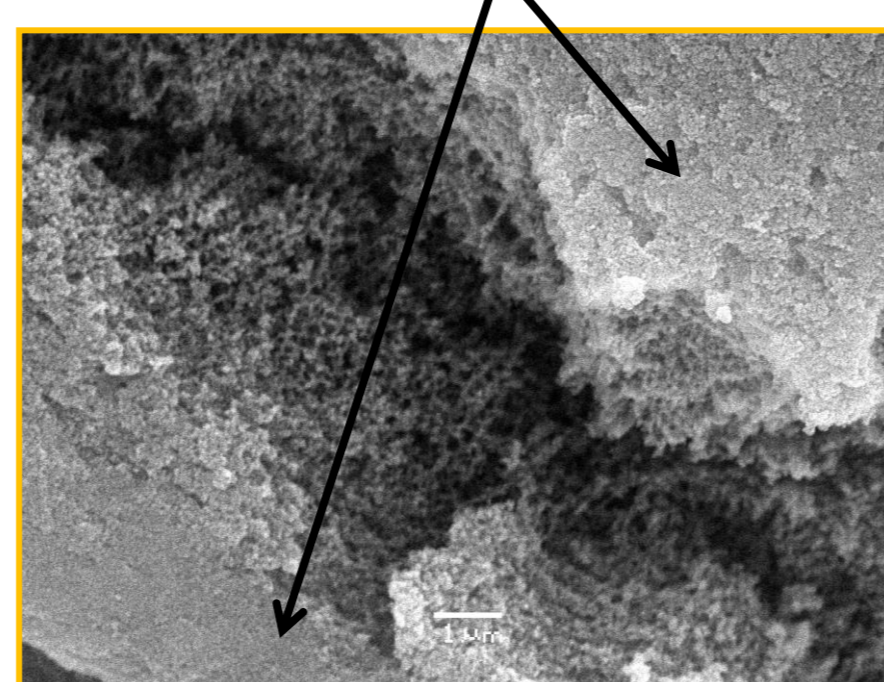
✓ As sínteses realizadas com o cristal coloidal dentro de tubo de ensaio ou de béquer não formaram a estrutura de opala invertida. Observa-se a formação de uma capa de óxido sobre a matriz, escondendo o ordenamento tridimensional

✓ A amostra sintetizada sobre papel de filtro, no entanto, apresentou opalescência sob luz incidente no microscópio óptico, indicando a formação da estrutura 3D

✓ Ao se observar a amostra no MEV, constata-se que realmente houve a formação da estrutura invertida, semelhante a uma colméia de abelha (*honeycomb*).



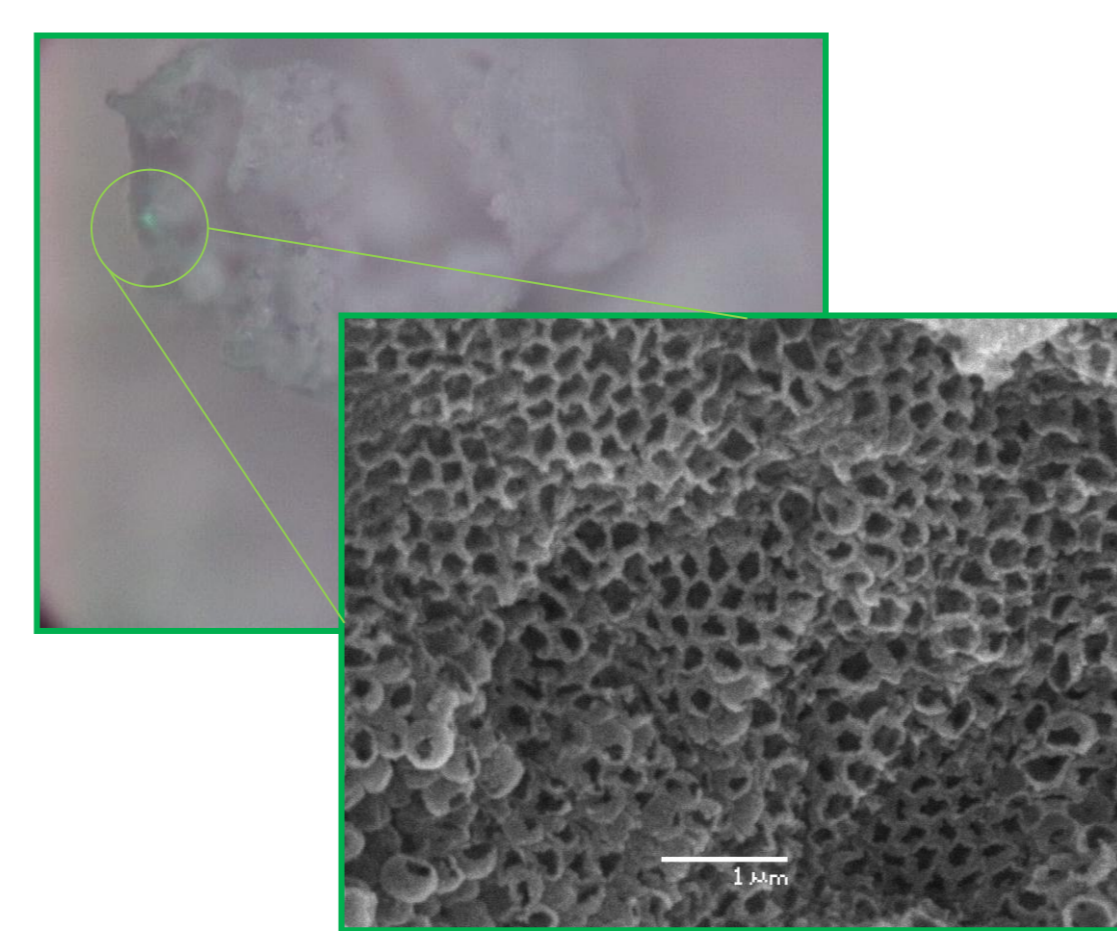
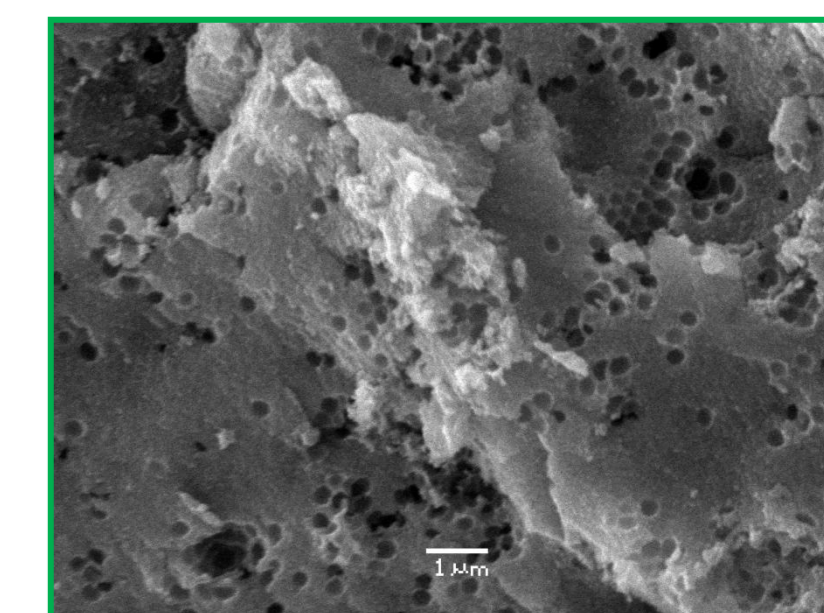
Capa de óxido formada sobre o cristal coloidal



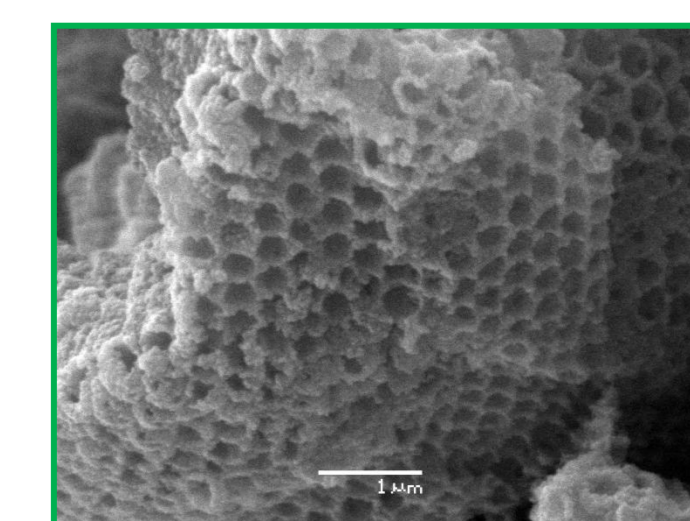
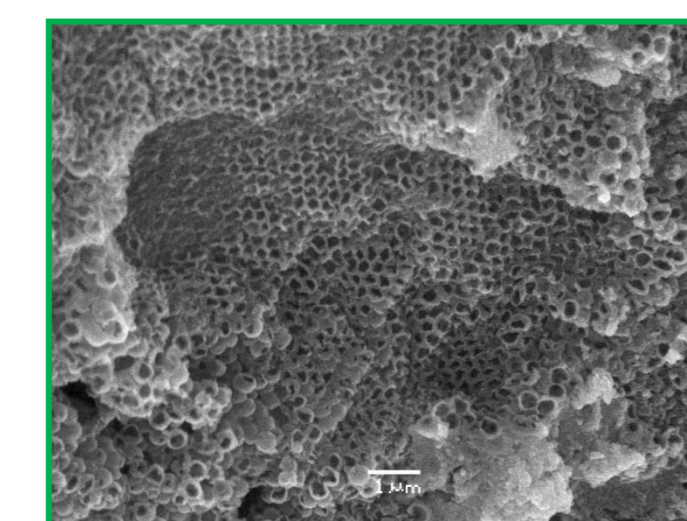
### Resultados Experimentais

#### Óxido de Estanho

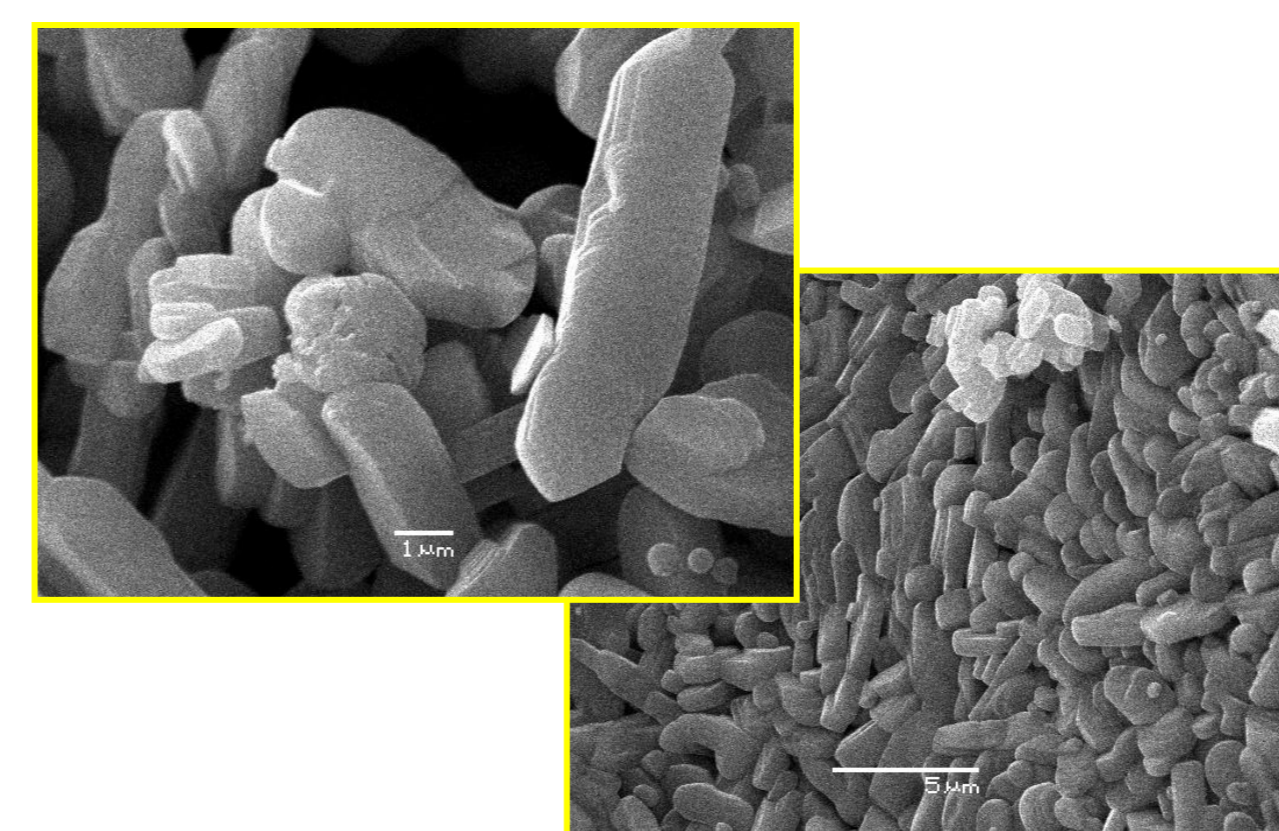
- ✓ O uso do reagente diluído (10% em massa em isopropanol) acabava por destruir a estrutura do cristal coloidal por forças capilares.
- ✓ Assim, optou-se por utilizar sucessivas adições de precursor, a fim de acumular alcóxido na estrutura sem destruí-la.



✓ Com a adição cumulativa foi possível obter sólidos 3DOM de óxido de estanho, porém de paredes finas, o que acaba por fragilizar a estrutura.



#### Óxido de Vanádio



Não foi possível obter amostras de vanádio, uma vez que o ordenamento tridimensional do molde não foi mantido.

Poucos estudos apresentam a formação de sólidos 3DOM de vanádio a partir de alcóxidos. Em temperaturas maiores que 450 °C os cristais de V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> crescem em dimensões maiores que o espaço vazio das esferas do cristal coloidal.

### Conclusões

- ✓ A obtenção de cristais coloidais via centrifugação é simples e direta.
- ✓ Foram obtidos sólidos 3DOM de titânio e estanho. Deve-se atentar para a diluição do reagente, que pode impedir a manutenção do ordenamento 3D.
- ✓ A opalescência em microscopia óptica é um indicador da formação da estrutura tridimensional