

CARACTERIZAÇÃO DO TiO₂ SINTETIZADO VIA SISTEMA SOLVOTÉRMICO ASSISTIDO POR MICRO-ONDAS

GUSTAVO PRADO DOS PASSOS¹; PAULA ZANATTA²; FRANCIELEN SAN MARTINS RODRIGUES³; RENATO DE GOUVEIA CANTONEIRO⁴; CRISTIANE RAUBACH RATMANN⁵; SERGIO DA SILVA CAVA⁶

¹*Universidade Federal de Pelotas – gustavopprado@hotmail.com*

²*Universidade Federal de Pelotas – zanatta_paula@hotmail.com; francielensmr2@hotmail.com; renatogouveia1@hotmail.com*

³*Universidade Federal de Pelotas – cricawr@gmail.com; sergiocava@gmail.com*

1. INTRODUÇÃO

O dióxido de titânio (TiO₂) é um óxido semicondutor com band gap na faixa de 3,0 – 3,2eV, o que o torna muito estudado pelos interesses em suas propriedades físicas, químicas e por ser um catalisador eficiente, especialmente devido à possibilidade de ativação utilizando radiação solar, mais especificamente na região ultravioleta (WANG et al., 2014; DIEBOLD et al 2003; IOANNIS et al, 2001). Este pode ser encontrado em 3 fases distintas: anatase, rutilo e bruquita. Na anatase, os octaedros compartilham cantos (vértices), enquanto na fase rutilo compartilham arestas, ambos formando estrutura tetragonal, sendo que na fase rutilo cada octaedro está em contato com 10 octaedros vizinhos e na fase anatase com apenas 8 (THIRUVENKATACHARI et al., 2008; PELAEZ et al., 2012;).

As fases anatase e rutilo apresentam maior atividade photocatalítica, sendo a primeira mais aplicada em reações photocatalíticas por apresentar maior estabilidade catalítica e maior taxa de recombinação eletrón/buraco (OLA,2015). Ademais, o TiO₂ é um material de baixo custo, atóxico, insolúvel em água, quimicamente estável e resistente à fotocorrosão (SADANANDAM et al., 2013).

O TiO₂ pode ser obtido por diferentes rotas sintéticas, formando materiais em forma de pó, cristais ou na forma de filmes, nanotubos, etc. (AHMADI et al., 2015; DONG et al., 2015; BENETTI et al., 2016). O uso do método solvotermal assistido por micro-ondas para processamento de materiais possui potencial por oferecer vantagens quanto à redução do tempo de processamento e economia de energia (HU, L.; YU, 2010). Através deste método é possível obter vantagens como aquecimento uniforme, rápido e volumétrico (PERIYAT, 2010). Além disso, o método pode reduzir显著mente o tempo de reação, assim como temperatura elevada, levando à cristalização rápida e simplificação no processo de preparação de óxidos em escala nano e micrométrica (HUANG, YANG e DOONG, 2011).

Sendo assim, o presente trabalho tem por objetivo obter o TiO₂ através do sistema solvotermal assistido por micro-ondas alcançando a fase anatase.

2. METODOLOGIA

O dióxido de titânio foi obtido através do precursor isopropóxido de titânio (TiOP). Para definir a quantidade de TiOP para alcançar 0,5g de TiO₂ puro foi feito o cálculo estequiométrico da reação química, no qual foi determinada a utilização de 1,779g de TiOP, obtendo uma concentração de 0,0062mol/L.

Primeiramente foi preparado 30mL de solução utilizando 95% de álcool e Q.S.P 30mL de água destilada ascrecentados num becker juntamente com 1,779g de TiOP. Após para homogeneização a mesma permaneceu sob agitação constante por 10min e fluxo contínuo de nitrogênio para evitar a formação de fases secundárias, como carbonato de titânio.

Posteriormente a solução que já estava no copo reacional foi transferida para célula reacional de teflon, a qual foi acoplada e vedada, visto que se trata de um sistema fechado de síntese.. A síntese foi programada para ocorrer em um tempo de 10min a 140°C, com taxa de aquecimento de 5°C/min.

Feita a síntese do soluto de TiOP com 95% de álcool, esta foi transferida para um tubo falcon com o intuito de estabilizar o pH e eliminar qualquer resquício de impurezas. Para isso, foram realizadas centrifugações de 5 min a 4000rpm para a lavagem. A primeira medição mostrou pH 5, levemente ácido. Feita a primeira lavagem com água destilada a solução mostrou pH 6. Retirado os falcons da centrifuga e posto numa placa de petri para secar em estufa a 100°C por 24h.

Após secagem do pó, o mesmo foi transferido para eppendorf análise de difração de raio-x (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Com o objetivo de revelar informações sobre a estrutura cristalina do pó alcançado foi utilizado o método de análise não-destrutivo de Difração de Raios-X (DRX). Para isto foi utilizado um difratômetro de anodo rotatório marca Bruker, modelo D8 Advance, radiação Cu K α ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$), com tensão 40 kV e 150 mA em um intervalo de 10 a 90° no modo 2 θ com abertura da fenda de divergência de 0,5° e da fenda de recepção de 0,3°, usando passo de 0,02° com acumulação de 1s/ponto.

Para obtenção de uma imagem que fornecesse informações referentes a forma das partículas, bem como dimensão, utilizou-se a técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Esta técnica possui uma alta resolução, capaz de analisar amostras na ordem de nanômetros. Foi operado um Microscópio Eletrônico de Varredura de alta resolução (MEV-FEG FEI Magellan 400L).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Através da análise de DRX verificou-se que a amostra de TiO₂ apresentou a fase cristalina puramente anatase (Figura 1), em conformidade com a literatura. Essa informação pode ser evidenciada pelos picos característicos conforme os planos cristalinos, 101,004,200,105,211,204 e 116 como reportado na literatura por Bernardo e colaboradores (2009), referentes aos ângulos 25,4°, 37,8°, 47,9°, 54°, 54,4°, 62,7°, 68,8° respectivamente. Observou-se que os picos de difração são referentes à ficha cristalográfica Nº 21-1272.

Para a obtenção de TiO₂ são utilizadas diversas rotas, dentre elas podemos citar o método sol-gel realizado por Bezerra e colaboradores (2016) para obter a fase puramente anatase, no entanto este método utiliza-se de temperaturas elevadas (em torno de 450°C) é um período de síntese superior (4 horas) ao utilizado neste trabalho para alcançar o óxido de fase semelhante ao confirmado através da análise de DRX. Sendo assim, uma das vantagens de utilizar o método de síntese assistido por micro-ondas é a redução drástica do consumo de energia necessário para se obter a temperatura de síntese (em torno de 140°C) e, também, a redução do tempo necessário para a produção dos óxidos (10 minutos) em comparação aos métodos tradicionais de síntese.

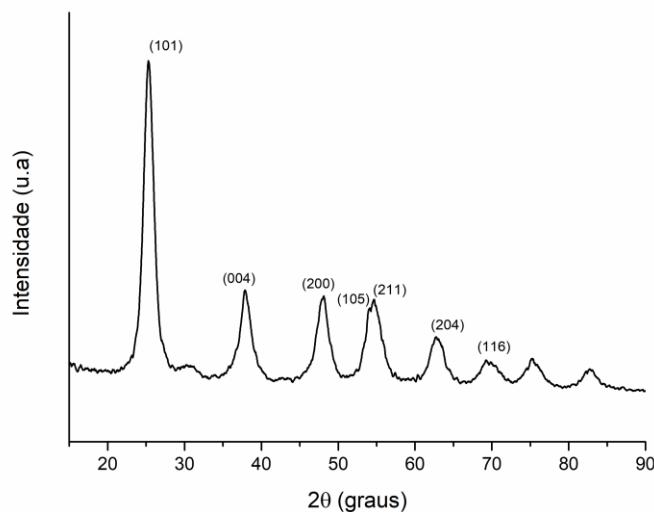


Figura 1 - (Difração de Raio-X de TiO_2)

A Figura 2 mostra a imagem de MEV. Observa-se que as partículas de TiO_2 são aproximadamente esféricas na ordem de nanometros e por isso tendem a se agregar, formando, neste caso, aglomerados em diferentes diâmetros, em média de 200 nm.. Segundo Nakata e Fujishima (2012) está morfologia esférica de TiO_2 apresentam normalmente volume elevado de poros, aumentando a superfície de contato entre as partículas tornando-as bons candidatos para utilização em fotocatálise, testes posteriores a serem realizados com este material.

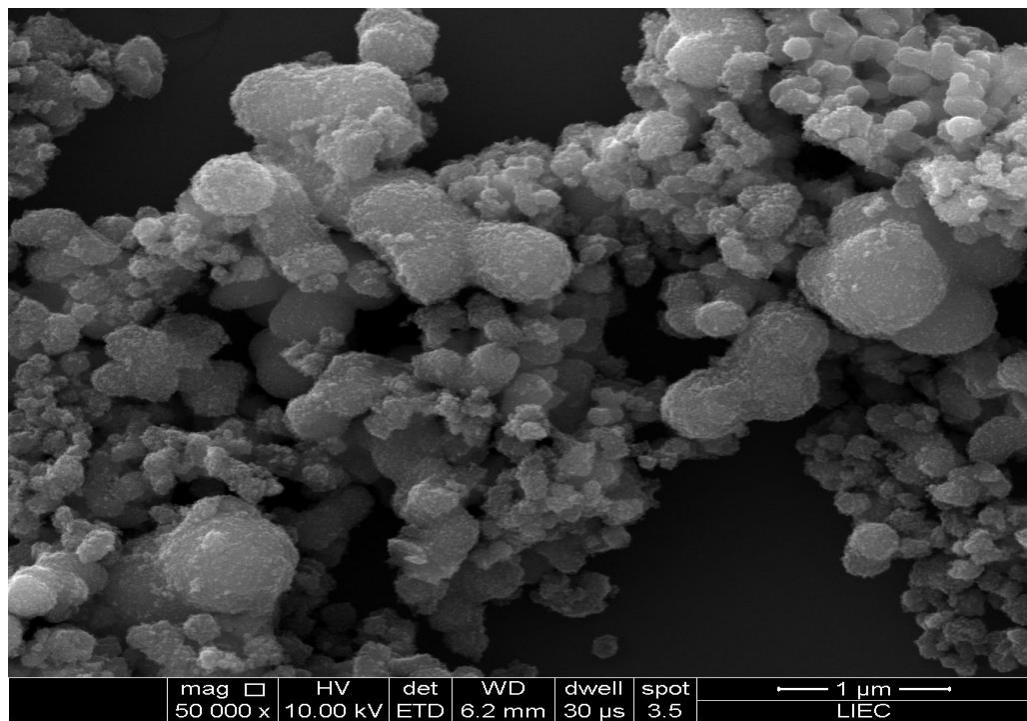


Figura 2 - (Microscopia Eletrônica de Varredura de TiO_2)

4. CONCLUSÕES

Com as análises realizadas fica comprovado que é possível sintetizar TiO_2 via sistema solvotérmico assistido por micro-ondas e obter a fase puramente anatase, com características semelhantes ao encontrado na literatura com rotas diferentes das utilizadas no presente trabalho, reduzindo o tempo de síntese e temperatura utilizados. Este trabalho é parte inicial para a realização de outros projetos envolvendo diferentes parâmetros de síntese de TiO_2 e suas influências em aplicações deste material como fotocatalisador.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- PEREIRA, A. E. Preparação e caracterização de nanopartículas de TiO_2 nas fases anatase e rutila por uma nova rota química. **21º CBECIMAT** Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais 09 a 13 de Novembro de 2014, Cuiabá, MT, Brasil. v21 p 114
- BEZERRA, P. C. S. **Síntese e caracterização de TiO_2 puro e dopado com boro, nitrogênio ou prata para aplicação em fotocatálise.** 2016. Dissertação (Mestrado em Química). Programa de Pós-graduação em Química, Instituto de Química, Universidade Federal de Mato Grosso do Sul.
- GARCIA, A. P. **SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOSTRUTURAS DE TiO_2 DE ALTA EFICIÊNCIA FOTOCATALÍTICA OBTIDAS PELO MÉTODO DOS PERÓXIDOS OXIDANTES COMBINADO COM TRATAMENTO SOLVOTERMAL ASSISTIDO POR MICROONDAS.** 2016. Tese (Doutorado em Engenharia) programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGE3M, Universidade Federal do Rio Grande do Sul.
- TAVARES, M. T. S. **SÍNTESE HIDROTÉRMICA ASSISTIDA POR MICRO-ONDAS DE TiO_2 , E APLICAÇÃO EM NANOCOMPÓSITO.** 2013. Dissertação (Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais) Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Norte.