

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE DIÓXIDO DE TITÂNIO

PAULA ZANATTA; MARÍLIA LAZAROTTO²; MÁRIO LÚCIO MOREIRA³

¹Universidade Federal de Pelotas – zanatta_paula@hotmail.com

²Universidade Federal do Rio Grande do Sul – lilalazarotto@yahoo.com.br

³Universidade Federal de Pelotas – mlucio3001@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

O elemento titânio é um metal cujo número atômico é 22 e a massa 47,90 u e quando em contato com oxigênio ou água forma óxido de titânio que pode estar nas seguintes estruturas: TiO , Ti_2O_3 ou TiO_2 , sendo este último o mais comumente encontrado. Aproximadamente 95% dos concentrados de minerais de titânio extraídos no mundo são utilizados na produção do dióxido de titânio (TiO_2) (CETEM, 2005).

A cerâmica TiO_2 pode apresentar diferentes estruturas cristalográficas, sendo elas: rutilo (tetragonal), anatásio (tetragonal) e brookita (ortorrômbico), sendo as duas primeiras citadas as mais estáveis (KASEMO, 1983). Geralmente a brookita é mais instável e de menor interesse, sendo extremamente complicada de sintetizar, quando comparada as demais. A diferença existente entre os sistemas cristalográficos do rutilo e a anatásio são as distorções e disposições de seus octaedros, sendo que ambos possuem células unitárias que podem ser descritas como um átomo de titânio coordenado a seis átomos de oxigênio em configurações octaédricas (QOURZAL et al., 2005).

O dióxido de titânio é o semicondutor, com cerca de 3,2 eV de gap e 2,7 de índice de refração (LIDE, 1997) mais utilizado para tratamento de efluentes com fotocatalise, pois apresenta vantagens que se destacam em relação aos outros fotocatalisadores, sendo elas: alta fotocondutividade, facilidade de aquisição, baixo custo e inerte na ausência de radiação ultravioleta (MILLS et al., 1993). Ainda, é um óxido que apresenta ações antifúngicas quando aplicados na madeira (FILPO et al., 2013) e muito utilizado como recobrimento de filmes finos (ARMOA, 2007). Sua utilização em tintas e plásticos, oferece alta durabilidade e resistência a intempéries e ao calor, bem como aprimoramento do brilho, opacidade e alvura (SANTOS et al., 2002).

As propriedades dos pós-cerâmicos de TiO_2 , tornam-se superiores se apresentarem alta área superficial, tamanho de partículas em escala nanométrica, alta homogeneidade e fase com composição química estável (TANG et al., 2006) e dentre os métodos utilizados para sintetizar nanopartículas, destaca-se o método hidrotermal assistido por microondas, o qual segundo Shi et al., (2013) é definido como método de formação e crescimento de cristais por meio de reações químicas e mudanças de solubilidade das substâncias em uma solução aquosa acima da temperatura e pressão ambiente em um sistema fechado.

Assim, neste contexto, este trabalho tem por objetivo sintetizar e caracterizar nanopartículas de TiO_2 utilizando o método hidrotermal assistido por microondas.

2. METODOLOGIA

A síntese de TiO_2 foi realizada pelo método hidrotermal assistido por microondas, o qual é bastante inovador e eficaz na produção nanopartículas. Utilizou-se como precursor o oxissulfato de titânio (TiOSO_4 , 99,99%), massa molar de 159,96, diluído em solução de ácido sulfúrico (H_2SO_4 (15% wt)). Ainda, como agente mineralizador o hidróxido de sódio (NaOH), teve por finalidade contribuir para a co-precipitação dos hidróxidos durante a fase inicial do processo de síntese.

Primeiramente, preparou-se uma solução de NaOH com concentração de 0,3 em um béquer de 50 mL contendo água destilada, sob agitação magnética. O recipiente de teflon contendo o precursor TiOSO_4 com água destilada (15ml) passou para o agitador magnético, onde transferiu a solução do mineralizador (NaOH), anteriormente em agitação, permanecendo em constante agitação, até atingir temperatura de aproximadamente 50°C e pH 14, com a finalidade de evitar a formação de fases secundárias associadas a grupos carbonatos, formando assim os óxidos hidróxidos de titânio, antes do início do tratamento hidrotermal. Por fim, adiciona-se água destilada até atingir no mínimo 90% do volume do copo reacional, para que atinja a eficiência máxima referente a pressão autogerada.

Alcançando essas condições, a cela reacional, contendo o copo de teflon, foi selada hermeticamente e acondicionada na cavidade de um sistema irradiador de microondas (hidrotérmico assistido por microondas). Com a colocação do fio terra e do termopar, o sistema irradiador de microondas então é ligado e programada e inicia-se o processo de aquecimento, sendo o patamar de 160°C com taxa de aquecimento de $160^\circ\text{C}/\text{min}$. O tempo de síntese foi de 20 min.

Após cada síntese, o sistema foi resfriado a temperatura ambiente. O conteúdo presente no copo reacional foi lavado diversas vezes com água destilada por um processo de centrifugação a 5000 rpm até atingir pH 7 da água de lavagem, indicando a remoção dos resíduos oriundos da reação. O pó nanoestruturado de TiO_2 precipitado foi transferido para uma placa de petri e mantido a uma temperatura de 60°C até a secagem do pó cerâmico.

Para a caracterização do pó de TiO_2 utilizou-se a técnica de difração de raios-x (DRX) para detectar a cristalinidade do pó e qual a fase sintetizada. Ainda a microscopia eletrônica de Varredura (MEV) foi utilizada com a finalidade de avaliar a morfologia dos poros e a estrutura formada pela matriz do TiO_2 . Esta permitiu visualizar uma imagem da amostra, a qual dá informações da superfície da mesma.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O difratograma de raios-x (DRX) do pó de TiO_2 obtido pelo método hidrotermal assistido por microondas, sintetizado a 160°C em 20 minutos, demonstrou formação de TiO_2 nas fases anatase e rutilo, sendo a primeira fase a que predominou na síntese.

A microscopia eletrônica de varredura foi necessária para visualizar se as condições de síntese utilizadas geraram amostras em escala nanométrica, bem como a forma dos grãos e como eles se aglomeram, conforme Figura 1. Percebe-se que os pós de TiO_2 formaram uma morfologia aproximadamente esférica. Ainda, por as partículas serem muito pequenas, possuem grande área superficial e frequentemente podem se agregar, as quais formaram agregados de aproximadamente 3,8 micrometros. Estes pós nanoestruturados foram produzidos

para impregnar na madeira como um novo tratamento que proporcionasse melhorias nas propriedades físicas, mecânicas e/ou biológicas, e esta análise mostrou que a síntese gerou pós com diâmetro médio de aproximadamente 500 nm. Tendo em vista que a madeira utilizada para o estudo é uma conífera, e estas possuem poros (traqueóides) com comprimento que varia de 2,5 a 5,0 milímetros que é cerca de 100 vezes ou mais do seu diâmetro, considera-se que a metodologia utilizada para a obtenção do TiO₂ nanoestruturado foi eficiente para esta finalidade.

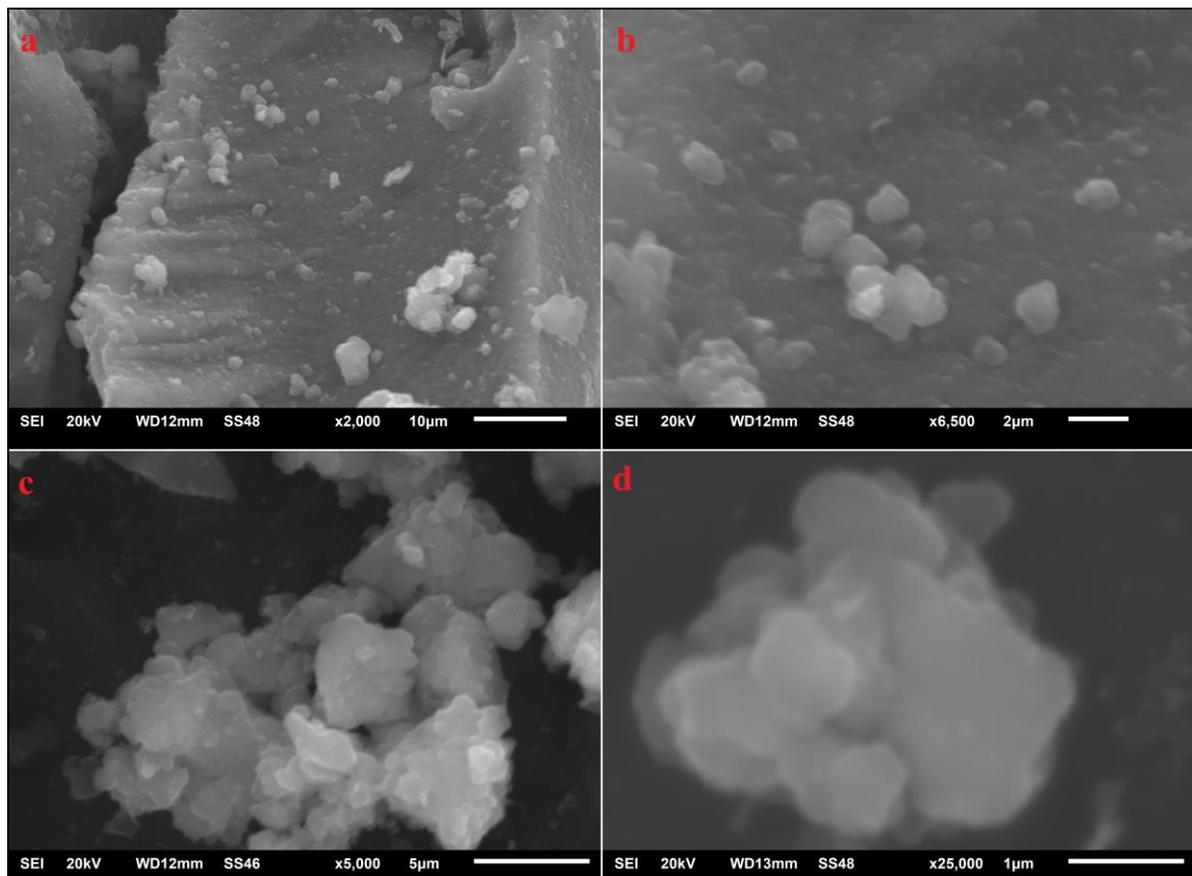


Figura 1. Microscopia eletrônica de varredura de TiO₂. a e b – visualização da morfologia do pó; c e d – visualização dos aglomerados de TiO₂.

4. CONCLUSÕES

O método hidrotermal assistido por microondas foi eficiente para a obtenção de pó nanoestruturado de TiO₂ cristalinos e nanométricos. Observou-se a formação cristais na fase anatase e rutilo e visualizou-se sua característica estrutura cristalográfica tetragonal, por meio de análises de difração de raios-x e microscopia eletrônica de varredura, respectivamente.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ARMOA, M. H.; **Síntese hidrotérmica de nanopartículas de TiO₂, de nanocompósitos metal/TiO₂ e degradação oxidativa de 4-clorofenol em reator**

membranar fotocatalítico - Tese de Doutorado, Universidade Estadual Paulista, Instituto de Química, Araraquara, 2007.

CETEM (2005). **Minerais de Titânio**. Disponível em:
<http://www.cetem.gov.br/publicacao/CTs/CT2005-142-00.pdf>. Acesso em:
10/10/2013.

FILPO, de G.; PALERMO, A. M.; RACHIELE, F.; Preventing fungal growth in wood by titanium dioxide nanoparticles. **International Biodeterioration & Biodegradation**. v. 85, 2013.

KASEMO, B. Biocompatibility of titanium implants: surface science aspects. **J. prosth. Dent**. V. 49, 1983.

LIDE, D. R. (1993). **Dioxide titanium**. Disponível em:
<http://fptl.ru/biblioteka/spravo4niki/handbook-of-Chemistry-and-Physics.pdf>. Acesso em: 12/10/2013.

MILLS, A., DAVIES, R. H., WORSLEY, D.; Water Purification by Semiconductor Photocatalysis, **Chemical Society Reviews**. v. 22, 1993.

QOURZAL, S., TAMIMI, M., ASSABBANE, A., AIT-ICHOU, Y., Photocatalytic degradation and adsorption of 2-naphthol on suspended TiO₂ surface in a dynamic reactor. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 286, 2005.

SANTOS, J. G.; MELO, E. E.; CUNHA, J. W. D.; OGASAWARA, T.; **Anais do XV CBECIMAT**, Natal, RN, p. 71-76, 2002.

SHI, W.; SONG, S.; ZHANG, H. Hydrothermal synthetic strategies of inorganic semiconducting nanostructures. **Chemical Society Reviews**, v. 42, 2013.

TANG, Z.; ZHANG, J.; CHENG, Z.; ZHANG, Z.; Synthesis of nanosized rutile TiO₂ powder at low temperature. **Materials Chemistry and Physics**. v. 77, 2002.