

# Modificação da Morfologia de $x\text{TiO}_2\text{-}y\text{ZrO}_2$ via Tratamento Hidrotérmico

Carolina Martins Rodrigues (PG)\*, Odair Pastor Ferreira (PG), Oswaldo Luiz Alves (PQ).

Laboratório de Química do Estado Sólido-LQES, Instituto de Química, UNICAMP, CP 6154, CEP 13083-970, Campinas, SP, Brasil. \*carolina@iqm.unicamp.br; http://lqes.iqm.unicamp.br

Palavras Chave: nanotubo, nanobastão, óxido misto.

## Introdução

Materiais de tamanho nanométrico têm tido grande interesse devido à possibilidade de se obter propriedades intermediárias entre átomos e *bulk*.

O  $\text{TiO}_2$  tem ganhado muita atenção devido sua excelente propriedade fotocatalítica. Dessa forma espera-se que seus nanotubos possuam uma atividade fotocatalítica melhor por terem maior área superficial e alta atividade fotocatalítica<sup>1</sup>.

Entre 1998 e 1999 Kasuga e col.<sup>2</sup> obtiveram nanotubos derivados de óxido de titânio por tratamento hidrotérmico em autoclave e meio alcalino. Tais tubos ganharam grande atenção por terem diâmetros uniformes e em torno de 8nm. As paredes desses nanotubos são formadas por titanatos, mas o mecanismo de formação ainda não está totalmente elucidado.

Esse trabalho descreve a obtenção de  $x\text{TiO}_2\text{-}y\text{ZrO}_2$  por precipitação homogênea, variando a razão do Ti/Zr, seguido do seu tratamento hidrotérmico em solução alcalina visando avaliar a morfologia do produto final.

## Resultados e Discussão

Através do método de precipitação homogênea, foi preparado o  $x\text{TiO}_2\text{-}y\text{ZrO}_2$ , com  $y$  variando de 0 a 100%, a partir de  $\text{TiCl}_4$  e  $\text{ZrOCl}_2\cdot 8\text{H}_2\text{O}$ , usando uréia como reagente precipitante na temperatura de 96°C. O óxido obtido anteriormente foi submetido ao tratamento hidrotérmico em solução de  $\text{NaOH}$  10 molL<sup>-1</sup>, em autoclave, na temperatura de 140°C por 48 horas.

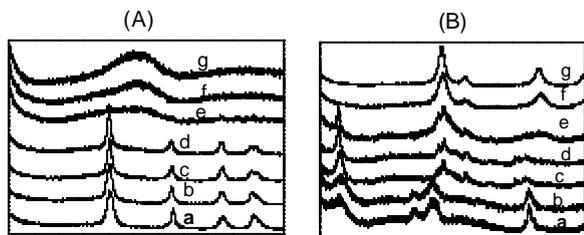


Figura 1. DRX dos óxidos (A) precursor e (B) hidrotérmico; a) 100%  $\text{TiO}_2$ , b) 5%  $\text{ZrO}_2$ , c) 15%  $\text{ZrO}_2$ , d) 20%  $\text{ZrO}_2$ , e) 50%  $\text{ZrO}_2$ , f) 80%  $\text{ZrO}_2$ , g) 100%  $\text{ZrO}_2$ .

Na Figura 1 A mostra que os óxidos precursores de **a-d** possuem estrutura anatásio do  $\text{TiO}_2$  e os demais não-cristalinos. Em B temos o DRX dos produtos

hidrotérmicos em que de **a-d** é observado mudança da estrutura anatásio para titanato de sódio. Nas amostras **c-e** aparecem, também, reflexões em torno de 30-35 que são características da estrutura tetragonal do  $\text{ZrO}_2$ , indicando possível segregação das fases; em **f-g** temos somente a estrutura tetragonal do  $\text{ZrO}_2$ .

As imagens SEM sugerem modificação de morfologia do precursor para o produto hidrotérmico somente nas composições de 0 a 50% de  $\text{ZrO}_2$ . A figura 2 mostra a modificação para a composição de 0 e 15% de

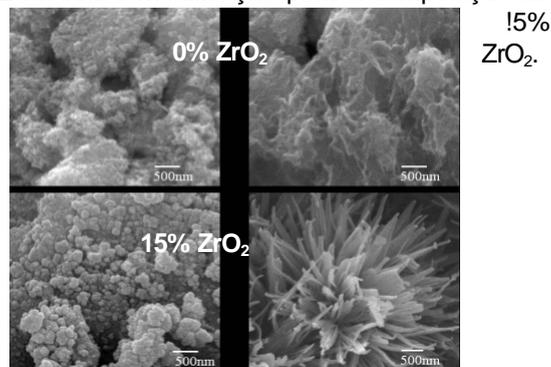


Figura 2. Imagens SEM à esquerda o precursor e à direita o produto do tratamento hidrotérmico.

As imagens SEM do óxido com 50% de  $\text{ZrO}_2$  possui mistura de morfologias de placas e tubos/bastões, e por imagens de mapeamento elemental foi observada possível segregação.

## Conclusões

Os produtos do tratamento hidrotérmico dos óxidos mistos com composição até 20% de  $\text{ZrO}_2$  apresentaram uma mudança morfológica de placas para tubos/bastões. Com relação à estrutura cristalina, a partir de 10% de  $\text{ZrO}_2$  há presença de duas fases: titanato de sódio e  $\text{ZrO}_2$  tetragonal. Na composição de 50% ocorre uma mistura de morfologia: placas e tubos/bastões com uma clara segregação do  $\text{ZrO}_2$  tetragonal e titanato. Acima dessa composição não há variações morfológicas drásticas, entretanto, a fase formada foi o  $\text{ZrO}_2$  tetragonal.

## Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPESP, CNPq e IM<sup>2</sup>C.

<sup>1</sup> Peng, L.-M. *Acta Cryst.* **2002**, B58, 587.

<sup>2</sup> Kasuga, T. *Langmuir* **1998**, 14, 3160.