

Preparação de Titânia Por Diferentes Rotas de Síntese e Caracterização das Fases Formadas

Ruy Braz da Silva Filho (PG), Flávio Maron Vichi* (PQ), Michele de Oliveira Chagas (TC). E-mail: fmvichi@iq.usp.br

¹ Instituto de Química – USP; Av. Prof. Lineu Prestes, 748, Butantã, São Paulo, SP

Palavras Chave: Titânia, processo sol-gel, síntese template, método da combustão.

Introdução

A titânia possui três diferentes estruturas cristalinas: rutila (termodinamicamente mais estável), anatase e bruquita. Ela vem sendo aplicada há muitas décadas como pigmento em tintas brancas por sua alta opacidade, estabilidade e abundância. É o pigmento mais branco e brilhante produzido industrialmente. É usado, por isso, como alvejante em tintas, plásticos, papéis e pastas de dentes.

Na área de fotocatalise, o polimorfo anatase é o que apresenta maior atividade [1], sendo portanto interessante o desenvolvimento de rotas de síntese em que este polimorfo é obtido preferencialmente, mantendo-se estável termicamente. Neste trabalho descrevemos a preparação e a caracterização da titânia através de seis rotas de síntese diferentes: sol-gel com dois precursores distintos, com adição de ácido em excesso e com adição de surfactante não-iônico, método da combustão e método de Pechini.

Resultados e Discussão

Amostras de titânia foram sintetizadas por seis rotas diferentes: quatro pelo método sol-gel, utilizando precursores distintos: isopropóxido de titânio normal (Pro) e com excesso de ácido (Nan) e n-butóxido de titânio normal (But) e com surfactante Brij700 (Sur), por combustão de solução líquida (Com) e pelo método Pechini (Pec). Após tratamento térmico que varia de 100°C a 900°C, as amostras foram caracterizadas por difratometria de raios-X (DRX), análise termogravimétrica (ATG) e pelo método BET de obtenção de áreas superficiais específicas. Alguns dos resultados obtidos são apresentados na Tabela 1.

As amostras obtidas pelo processo sol-gel normal (Pro e But), mostram, quando aquecidas a 500 °C, uma mistura entre as fases anatase (A) e rutila (R), com picos pouco intensos atribuídos à bruquita (B). Quando usamos um excesso de ácido (Nan) há uma estabilização da anatase até 500 °C. Quando utilizamos surfactante (Sur), somente a anatase é obtida. Na síntese por combustão (Com), observa-se anatase e rutilo, com este em maior quantidade. O método de Pechini leva à formação de rutila como fase única.

A área superficial dos xerogéis precursores, secos a 100 °C, mostra que o material com maior área

superficial inicial é o obtido através da rota com surfactante (311 m²/g). Este material apresenta também o menor tamanho médio dos cristalitos (4,3 nm) e, quando calcinado a 500 °C, é constituído unicamente por anatase. O material obtido pela rota Nan também apresenta grande predominância de anatase quando aquecido a 500 °C. A principal diferença entre estas rotas e as demais é a proporção molar de ácido utilizada na síntese, que é 4 vezes maior na rota Nan e 40 vezes maior na rota Sur, em relação às demais. Acreditamos que a presença de uma maior quantidade de ácido é responsável pela estabilização da anatase até 500 °C. No caso da rota Sur, a adição de surfactante intensifica este comportamento, através da formação de nanocristais de dimensões menores na etapa de policondensação [2, 3], o que é confirmado através das estimativas de tamanho de cristalito usando a equação de Scherrer.

Tabela 1. Algumas propriedades das amostras obtidas.

Rota de síntese	Fases presentes a 500 °C	Área superficial a 100 °C (m ² /g)	Tamanho dos cristalitos a 100 °C (nm)
Pro	A, R, B	281	45
But	A, R, B	277	42
Nan	A, B	181	43
Sur	A	311	4
Com (500 °C)	A, R	21	315
Pec (900 °C)	R	4	455

Conclusões

Preparou-se titânia através de seis rotas de síntese diferentes. As rotas que envolvem a maior quantidade de ácido apresentam anatase como forma estável até 500 °C. A adição de surfactante intensifica este comportamento, abrindo perspectivas interessantes para aplicação dos materiais assim obtidos em processos fotocatalíticos, onde a anatase apresenta desempenho superior à rutila.

Bibliografia

- 1 Diebold, U.; *Surf. Sci. Reports* 48 (2003), 53.
- 2 Lazzeri, M., Vittadini, A., Selloni, A.; *Phys. Rev. B* 63 (2001), 155409/1.

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

3 Lazzeri, M., Vittadini, A., Selloni, A.; *Phys. Rev. B* 65 (2002), 119901/1.