

Obtenção de nanoestruturas a partir de $Ti_{1-x}Zr_xO_2$ via Tratamento Hidrotérmico

Carolina Martins Rodrigues (PG)*, Odair Pastor Ferreira (PQ), 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, nanoplaca.

Introdução

TiO_2 - ZrO_2 é bastante usado em catálise, sensores e componentes estruturais. Tal material vem sendo obtido como, nanotubo de $ZrTiO_4$ via processo eletroquímico¹, filme de TiO_2 - ZrO_2 nanolaminado² e nanotubos coaxiais TiO_2/ZrO_2 obtidos via *template*³. O presente trabalho visa obtenção de nanoestruturas a partir de $Ti_{1-x}Zr_xO_2$ via tratamento hidrotérmico em NaOH e, estudar parâmetros tais como: natureza cristalina do precursor, tempo e temperatura do tratamento hidrotérmico.

Resultados e Discussão

O $Ti_{1-x}Zr_xO_2$ (x = 0 e 0,15 estrutura TiO_2 anatásio e x = 0,50 e 1 não cristalino), foi obtido por precipitação homogênea usando a uréia como reagente precipitante. Em seguida, foi submetido ao tratamento hidrotérmico em solução de NaOH 10 molL⁻¹, em autoclave, na temperatura de 140 °C ou 170 °C, por 2 ou 7 dias.

Tabela 1. Resultados após tratamento hidrotérmico com temperatura de 140 °C por 2 dias.

$Ti_{1-x}Zr_xO_2$	DRX	Fórmula Geral	Morfologia
x = 0	titanato de sódio	$Na_{1,3}H_{0,7}Ti_3O_7 \cdot nH_2O$	nanotubo
x = 0,15	titanato de sódio, ZrO_2 tetragonal	$Na_2Ti_3O_7 \cdot nH_2O + ZrO_2$	nanobastão e nanoplaca
x = 0,50	titanato de sódio, ZrO_2 tetragonal	$Na_{1,8}H_{0,2}Ti_3O_7 \cdot nH_2O + ZrO_2$	nanoplaca
x = 1	ZrO_2 tetragonal	_____	Nenhuma alteração

Com os resultados da Tabela 1, observa-se para x de 0 a 0,50 mudanças de morfologia e estrutura cristalina dos precursores para os produtos hidrotérmicos. As medidas de ICP para x de 0 a 0,50, indicam composições que são concordantes com a estrutura cristalina observada por DRX. Contudo, quando x = 1 não houve alteração morfológica, porém houve cristalização do material. Análise de EELS do produto hidrotérmico com x = 0,50, mostra o zircônio distribuído em toda a superfície da nanoplaca, mas também existem partículas ricas em zircônio (Figura 1) sobre a nanoestrutura, indicando a segregação.

Com relação ao aumento de tempo e temperatura, não foram observadas mudanças de morfologia e de estrutura cristalina entre os produtos hidrotérmicos apresentados na Tabela 1. Entretanto, o aumento do tempo e/ou temperatura, para x = 0 e 0,15 levou ao

aumento das quantidades de nanotubos e nanobastões, respectivamente⁴.

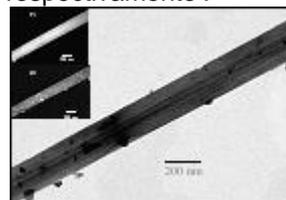


Figura 1. Imagens TEM do produto hidrotérmico x = 0,50 e imagens de Perda de Energia de Ti e Zr.

Para avaliar a cristalinidade dos precursores, as composições com x = 0,50 estrutura $ZrTiO_4$ (700°C), e x = 1 estrutura ZrO_2 tetragonal (400°C) e monoclinica (750°C) foram submetidas ao tratamento hidrotérmico (140°C, 2 dias). O produto hidrotérmico com x = 0,50 foi observado a mesma estrutura cristalina do precursor, mas com presença de nanotubos (imagens SEM e TEM Figura 2B e C).

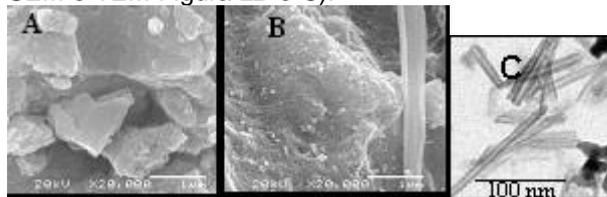


Figura 2. Imagens SEM x = 0,50: (A) precursor tratado termicamente; (B) produto hidrotérmico. (C) Imagem TEM do produto hidrotérmico.

Para x = 1, com estrutura monoclinica, foi observado um aumento na cristalinidade após o tratamento hidrotérmico. Para a estrutura tetragonal, após o tratamento hidrotérmico foi observada a presença da fase monoclinica. Em ambas as amostras, não foi observada alteração morfológica significativa.

Conclusões

O aumento no tempo e temperatura proporcionam aumento de nanotubos/nanobastões, exceto quando x = 0,50 e 1. Para x = 0,50 quando tratado termicamente, o produto obtido possui a mesma estrutura cristalina do óxido de partida, entretanto, com morfologia de nanotubo.

Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPESP, CNPq, IM²C, Rede Nacional de Pesquisa em Nanotubos.

¹ Yasuda, K. e Schmuki, P., *Electrochem. Acta*, **2007**, 52, 4053.

² DeLoach, J. D.; Shibilski, J. J.; Crape, C. R. e Aita, C. R., *J. Vac. Sci. Technol. A*, **2000**, 18, 2922.

³ Cochran, R.; Shyue, E. e J. N. P. Padture, *Acta Materialia*, **2007**, 55, 3007.

