

Estudo Comparativo de Precursores Utilizados na Síntese de Óxido Misto de Titânio e Zircônio pelo Método Sol-Gel.

Eiwalt Rodolfo Hanzl^{1*} (PG), Flávio Maron Vichi¹ (PQ). E-mail: eiwalt@hotmail.com

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

Palavras Chave: Processo sol-gel, TiO_2 , Zircônio, surfactantes, área superficial.

Introdução

O TiO_2 é um dos mais estudados compostos para uso na fotocatalise, eletroquímica e outros setores. O ZrO_2 possui estabilidade química superior, resistência mecânica e capacidade de troca iônica, características favoráveis para aplicações no enrijecimento cerâmico, no recobrimento de barreira térmica, na eletrônica em geral e em sensores de oxigênio. Sua estrutura mesoporosa pode ser utilizada em catálises ácidas e há o uso potencial em células fotoelétricas. Esta pesquisa busca sintetizar um óxido misto que combine as qualidades das duas substâncias.

A partir da proporção molar proposta por Kitazawa¹, buscou-se uma nova rota para sintetizar amostras de TiO_2/Zr utilizando-se como precursores os alcóxidos n-butóxido de titânio, n-butóxido de zircônio, nas proporções 8:2 e 9:1; o ácido nítrico; o ácido clorídrico e os surfactantes (surf) BRIJ 700, BRIJ 98 e Pluronic P123.

Resultados e Discussão

A área superficial das amostras foi determinada pelas isotermas de adsorção-dessorção de N_2 (método BET): Utilizando-se a proporção de alcóxidos 8:2 e ácido nítrico a área superficial obtida foi: **Surf BRIJ 700** as = 514 m^2/g ; **Surf P123** as = 579 m^2/g ; **Surf BRIJ 98** as = 530 m^2/g . Para a proporção 9:1 com ácido nítrico e BRIJ 98 as = 393 m^2/g . Para a proporção 8:2 com ácido clorídrico a área superficial foi: **Surf BRIJ 700** as = 146 m^2/g ; **Surf P123** as = 154 m^2/g . A figura 1 mostra a isoterma de adsorção de nitrogênio da amostra 8:2 Ti/Zr, denominada amostra 2C. Trata-se de uma isoterma do tipo IV, segundo a IUPAC, característica de materiais mesoporosos. Optou-se por adotar a proporção 8:2 como padrão para as outras amostras, devido à grande diferença na área superficial. As áreas superficiais obtidas são consideradas elevadas, visto que o TiO_2 comercial (Degussa) possui valor entre 50 e 75 m^2/g , e o Solaronix, vendido para ser utilizado em células solares possui valor por volta de 120 m^2/g .

A seguir foram feitas análise de difratometria de raios-X, método do pó (figura 2). Percebe-se que o óxido obtido utilizando-se o ácido nítrico é o que apresenta muito menor cristalinidade e uma área superficial muito mais elevada.

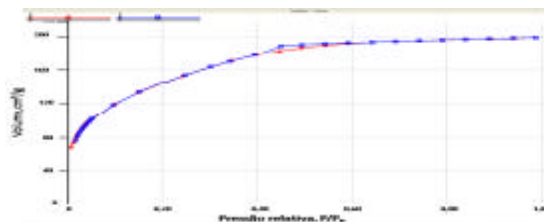


Fig. 1: Isoterma de adsorção de nitrogênio para a amostra 2C.

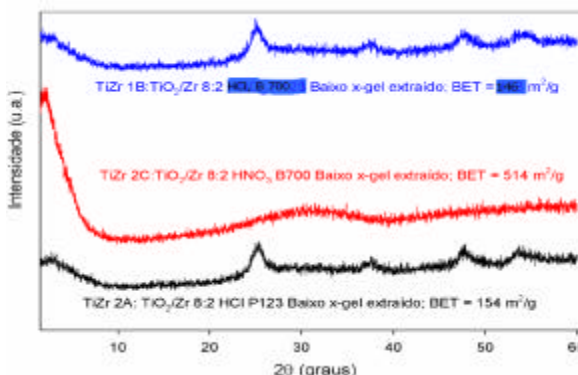


Fig. 2: Difratograma de amostras Ti/Zr.

Conclusões

O uso de HNO_3 leva a áreas superficiais cerca de 3 vezes maiores do que quando se utiliza HCl (amostra 1B as = 146 m^2/g e 2C = 514 m^2/g). A proporção 8:2 com HNO_3 e Pluronic P123 produziu o composto de maior área superficial. A cristalinidade dos compostos é baixa, sendo que a amostra TiZr 2C, que apresenta a maior área superficial, mostra um pico em baixo ângulo, sugerindo a existência de mesoestrutura, além de ter a menor cristalinidade.

Agradecimentos

Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq, pela bolsa fornecida.

¹ Kitazawa, N.; Sagaguchi, K.; Aono, M.; Watanabe, Y.;
J. of Materials Sci. **2003**, 38, 3069.