Síntese de TiO_2 nanocristalino pelos Métodos Hidrotermal e solvotermal

Alessandra Ribeiro Freitas (IC)*[1], Juliana de Sousa Gonçalves (IC)[1] (IC), Sérgio Henrique Leal (PQ)[2], Valdemir dos Santos (PG)[3], Maria Rita M. C. Santos[1] (PQ), Laécio S. Cavalcante (PG)[3], Élson Longo (PQ)[3], Luiz de Sousa Santos Júnior (PQ)[1] e José Milton E. Matos[1] (PQ)

1 – Departamento de Química – Universidade Federal do Piauí – UFPI, CEP 64049 550, Teresina – PI, Brasil.

2 – Universidade Federal do Piauí, Campus Ministro Reis Veloso, CEP – 64202-000, Parnaiba, PI, Brasil.

3 – LIEC-DQ, Universidade Federal de São Carlos, CEP – 18043-970, São Carlos, SP, Brasil.

**E-mail: leckaribeiro@gmail.com*

Palavras Chave: *TiO_2, método hidrotermal, influência solvente*

Introdução

Óxidos metálicos são materiais amplamente empregados como suporte para diversas aplicações[1]. Dentre estes, destaca-se o óxido de titânio ou titânia - TiO_2. O TiO_2 é um composto estável que podendo ser obtido em diferentes fases cristalinas, tais como: anatase, bruquita e rutilo[2], e diferentes rotas de síntese têm sido utilizadas como meio para a obtenção destas fases. O método hidrotermal tem se apresentado como uma técnica limpa e barata para a obtenção de pós na escala nanométrica, com tamanho de partícula controlado, pureza e homogeneidade química[3]. O meio solvotermal (uso de solvente orgânico). Também se apresentado como um importante meio para a obtenção de óxidos nanometricos. O presente trabalho tem como objetivo sintetizar e caracterizar TiO_2 na escala nanométrica utilizando o método hidrotermal e solvotermal.

Resultados e Discussão

O TiO_2 foi preparado utilizando isopropóxido de titânio IV ($Ti[OCH(CH_3)_2]_4$) 98% PA (Across Organics), H_2O_2 10% e 30% (Ricie), Isopropanol (IP) PA (Vetec) ou Ácido Acético (HAc) PA (Vetec) como meio reacional, na razão de H_2O_2/isopropóxido de titânio de 15/1. As reações foram efetuadas em um reator de vidro de 100 mL a 100 ℃/72h.

Na Figura 1a, pode-se observar que, pela análise dos difratogramas, os picos de difração (101), (004), (200), (105), (211) correspondem essencialmente à formação de fase única e cristalina da anatase, quando usou-se IP ou a mistura de solventes, HAc/H_2O e IP/HAc na razão de 50% v/v na presença de H_2O_2 10%. Quando passamos a usar a mistura H_2O/H_2O_2 uma mistura de fases passou a ser obtida. Quando usou-se H_2O/H_2O_2 10% obteve-se a mistura de fases anatase e Bruquita, e quando usou-se somente H_2O_2 como meio reacional, obteve-se a mistura de fase anatase e rutilo, já quando usou-se a mistura H_2O/H_2O_2 30% obteve-se a mistura de fases anatase, rutilo e bruquita. O formato dos picos indica que as partículas estão na escala nanométrica. Destes experimentos, é possível observar que o meio solvotermal (IP, HAc/H_2O e IP/HAc) na presença de H_2O_2 10%, favorece a formação de uma única fase cristalina, a fase anatase. Já o meio aquoso, favorece a formação de mistura das três fases (anatase e bruquita, anatase e rutilo ou anatase, bruquita e rutilo), como pode ser visto na Figura 1a.

Na Figura 1b, observa-se que a área superficial obtida é bastante alta, sendo que a menor área foi a obtida quando usou-se a relação H_2O/H_2O_2 30%, com 133 m^2/g (TiO_2-6 na Figura 1b)

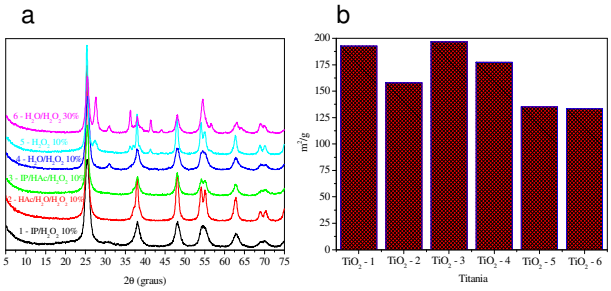

Figura 1. a) DRX do TiO_2 e b) área superficial dos óxidos obtido em pelos métodos hidrotermal e solvotermal.

Conclusões

A partir dos dados, conclui-se que o método hidrotermal e solvotermal, e o meio reacional utilizado, foram eficiente para a síntese de TiO_2 na escala nanométrica, obtendo-se óxidos cristalina e com alta lata área superficial, chegando até a 196 m^2/g.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, à DQ-UFPI FAPEPI (Proc. Inst: 68.0093/2003-6) e à UFSCar pela colaboração.

[1] Stone Jr., V.F., Davis, R.J. *Chem. Mater.* **1998**, 10, 1468.
[2] Hoffmann, M.R.; Martin, S.T. Choi, D. Bahnemann, W. *Chem. Rev.* **1995** 95, 69.