

Síntese hidrotérmica do titanoniobato lamelar (KTiNbO₅) a partir de polioxoniobatos de Lindqvist

Marina Menezes de Brito (IC), Olivalter Pergentino (PG), Heloysa Martins Carvalho Andrade (PQ), Artur José Santos Mascarenhas* (PQ)

Laboratório de Catálise e Materiais (LABCAT), Departamento de Química Geral e Inorgânica, Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Rua Barão de Jeremoabo, s/n, Campus de Ondina, 40170-280, Salvador-BA. artur@ufba.br*

Palavras-chaves: Titanoniobatos lamelares, polioxoniobatos de Lindqvist, síntese hidrotérmica

Introdução

Os titanoniobatos KTiNbO₅ são materiais de natureza lamelar que podem ser utilizados para aplicações extensivas no campo de nanotecnologia e possuem grande eficiência fotocatalítica na reação de decomposição da água para geração de hidrogênio. Estes materiais são normalmente preparados por reação em estado sólido em temperaturas acima de 1000°C, levando a consideráveis gastos energéticos [1].

Neste trabalho, a síntese hidrotérmica de titanoniobatos foi investigada, empregando como precursores de nióbio os polioxoniobatos de Lindqvist, K_{8-x}H_xNb₆O₁₉.nH₂O [2], que são compostos hidrossolúveis formados por dissolução hidrotérmica de Nb₂O₅ em meio básico.

Resultados e Discussão

Os parâmetros reacionais estudados foram: i) precursores de titânio (sulfato de titanila e isopropóxido de titânio) e ii) temperatura de tratamento hidrotérmico por 24h. Os materiais sintetizados foram comparados com o KTiNbO₅ sintetizado pelo método cerâmico. As condições das sínteses estão sumarizadas na Tabela 1.

Tabela 1. Códigos das amostras com suas respectivas condições de síntese.

Código	Precursor de Nb	Precursor de Ti	T (°C)
MB004	K ₅ H ₃ Nb ₆ O ₁₉ .9H ₂ O	TiOSO ₄	150
MB005	K ₅ H ₃ Nb ₆ O ₁₉ .9H ₂ O	Ti(OC ₃ H ₇) ₄	150
MB008	K ₅ H ₃ Nb ₆ O ₁₉ .9H ₂ O	TiOSO ₄	200
OP011 ^a	Nb ₂ O ₅	TiO ₂	1150

^a Amostra preparada pelo método cerâmico.

Os difratogramas de raios-X das amostras recém-preparadas com o sulfato de titanila apresentaram picos característicos de dióxido de titânio (anatásio), enquanto que a amostra recém-preparada com isopropóxido de titânio apresentou picos da fase desejada.

O aumento da temperatura de tratamento hidrotérmico não causou mudanças nos difratogramas das amostras recém-preparadas.

A calcinação das amostras entre 500 e 700°C, resultou simplesmente no aumento da cristalinidade do dióxido de titânio (anatásio), sem a formação de outras fases.

Os difratogramas de raios-X das amostras calcinadas a 800°C (Figura 1) apresentam picos característicos da fase desejada para todas as amostras. Porém, apenas a amostra preparada com isopropóxido de titânio apresenta boa cristalinidade. Os materiais preparados com sulfato de titanila apresentaram também picos característicos de anatásio, que é a fase predominante.

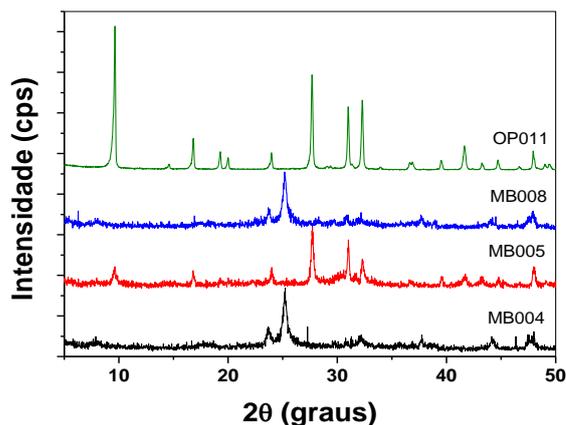


Figura 1. Difratogramas de raios-X das amostras preparadas por síntese hidrotérmica, calcinadas a 800°C por 6 h e pelo método cerâmico.

Conclusões

Os titanoniobatos KTiNbO₅ podem ser preparados por síntese hidrotérmica seguidos de calcinação, uma rota que demanda menos energia que o método convencional. A síntese empregando isopropóxido de titânio como precursor resulta em um produto com maior pureza se comparado com a utilização de sulfato de titanila.

Agradecimentos

Ao CNPq pela bolsa de estudo.

¹Rebbah, H., Desgardin, G., Revau, B., *Nonstoichiometric Oxides with Structure: The Compounds Al-x(Ti1-xM1+x)O5*. *Journal of Solid State Chemistry*, v. 31, p. 321-328, 1980.