

Síntese e caracterização de SBA-15 com mesoporos revestidos com TiO₂ de tamanho controlado.

Juliana M. de Souza e Silva (PQ), Mathias Strauss (PG), Camila M. Maroneze (PQ), Murilo P. Pereira (IC), Yoshitaka Gushikem (PQ), Italo O. Mazali* (PQ)

Laboratório de Materiais Funcionais- LMF – IQ/UNICAMP, CEP 13083-970, Campinas, SP. *mazali@iqm.unicamp.br

Palavras Chave: nanopartículas, TiO₂, mesoporoso, fotocatalise

Introdução

TiO₂ é largamente utilizado na área de catálise, por exemplo como suporte e como fotocatalisador.¹ Particularmente, o TiO₂ em escala nanométrica é bastante usado por sua alta área superficial e pelas propriedades relacionadas ao efeito quântico de confinamento. No entanto, os altos custos relacionados à filtração/recuperação e a tendência à aglomeração das nanopartículas limitam seu uso e acabaram por estimular a utilização de suportes para a titânia nanométrica como uma alternativa aos problemas supramencionados.² A SBA-15, principalmente por sua alta área superficial e estabilidades térmica e física, é uma matriz que se adéqua aos propósitos apresentados. Neste trabalho, descrevemos uma metodologia de ciclos de impregnação da SBA-15 com di-(n-propoxi)-di-(2-etilhexanoato) de Ti (IV) e decomposição térmica que permite o controle do tamanho do TiO₂ nanométrico que reveste os poros da SBA-15.³

Resultados e Discussão

O perfil obtido por SAXS da SBA-15 após sucessivos ciclos de impregnação-decomposição (CID) (Fig 1) apresenta três sinais característicos da SBA-15 silícica e indicam que organização hexagonal dos mesoporos é preservada após os CID. O deslocamento dos sinais observado para as amostras de SBA-15/xTiO₂ (onde x representa o número de CID) em relação à SBA-15 pura indica contração da cela unitária de 11.8 para 10.5 nm.

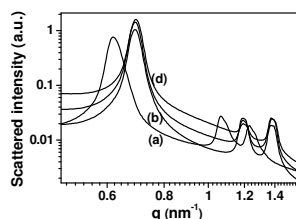


Figura 1. Perfil SAXS (a) da SBA-15 pura e (b), (c) e (d) da SBA-15/xTiO₂, com x = 3, 7 e 10, respectivamente.

As isotermas de adsorção-desorção de N₂ das amostras SBA-15/xTiO₂ (Fig 2 A) apresentam perfil típico da SBA-15 silícica (tipo IV com histerese do tipo H1). Com CID sucessivos, a adsorção se apresenta de maneira menos íngreme e a histerese

se torna mais alargada, o que sugere que o CID resulta na formação de uma camada homogênea de TiO₂ no interior dos mesoporos da SBA-15. Essa camada se torna progressivamente mais espessa com o aumento do número de CID, porém sem causar obstrução dos mesoporos.

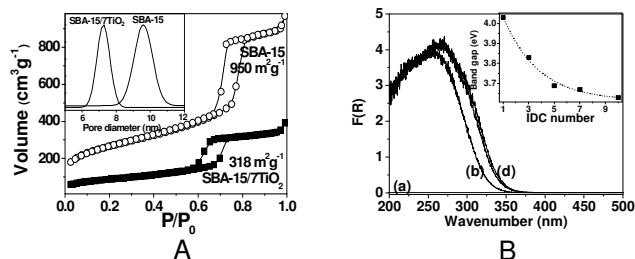


Figura 2. (A) Isotermas de adsorção-desorção de N₂ (distribuição de tamanho de poros no detalhe) e (B) espectros de UV-Vis (reflectância) (valores calculados de banda proibida no detalhe) da (a) SBA-15 pura e (b), (c) e (d) das amostras de SBA-15/xTiO₂, com x = 3, 7 e 10, respectivamente.

O valor da banda proibida do TiO₂ foi calculada a partir dos espectros de UV-Vis das SBA-15/xTiO₂ (Fig 2 B). Variações no tamanho da banda proibida em semicondutores em escala nanométrica estão associados à variações de tamanho. Para as amostras SBA-15/xTiO₂, observa-se que o aumento no número de CID causa deslocamento da banda proibida para menores valores e indica um aumento do tamanho do TiO₂ nanométrico presente no sistema.

Conclusões

A metodologia CID utilizada é adequada para o preparo de SBA-15 com mesoporos revestidos com TiO₂ nanométrico. Variações no número de CID permitem o controle da espessura do revestimento de TiO₂, da área superficial específica e da energia da banda proibida do material final.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao INOMAT e CAPES pelas bolsas concedidas, ao CNPq e à Fapesp.

¹ Diebold, U. *Surf. Sci. Rep.* **2003**, 48, 53.

² Strauss, M., Maroneze, C.M., de Souza e Silva, J.M., Sigoli, F.A., Gushikem, Y., Mazali, I.O. *Mater. Chem. Phys.* **2011**, 126, 188.

³ Mazali, I.O., Souza Filho, A.G., Viana, B.C., Mendes Filho, B.C., Alves, O.L. *J. Nanopart. Res.* **2006**, 8, 141.