

Formação dos titanatos $H_2Ti_2O_5 \cdot H_2O$ e $Na_2Ti_6O_{13}$ por processo hidrotérmico em meio alcalino

*Marina M. Leite¹(PG), Flávio M. Vichi¹(PQ) *marina.leite@usp.br*

Laboratório de Química de Materiais e Energia, BI 3 térreo, sala 325

Instituto de Química, Universidade de São Paulo. Av. Prof. Lineu Prestes, 758. – São Paulo, Brasil.

Palavras Chave: *titânia, titanato, processo hidrotérmico.*

Introdução

O processo hidrotérmico vem sendo utilizado desde o final dos anos 1990 para a fabricação de nanoestruturas à base de TiO_2 . Estes materiais vêm atraindo o interesse de pesquisadores devido a suas propriedades e aplicações diferenciadas¹.

O objetivo deste trabalho é analisar as estruturas cristalinas formadas durante o processo hidrotérmico em meio alcalino, a partir de um precursor de alta área superficial e baixa cristalinidade.

Os pós foram caracterizados por difratometria de raios-x (DRX), área superficial (BET) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Resultados e Discussão

O processo consistiu na adição de TiO_2 (cuja área superficial é $420m^2/g$, obtido por hidrólise direta de $Ti(i-Por)_4$ a uma solução de $NaOH$ 10 mol/L. A suspensão foi mantida a $120^\circ C$ por 24h sob pressão autôgena. O material foi então resfriado naturalmente, tratado ou não HCl 0,7 mol/L, filtrado, lavado e seco em estufa a $70^\circ C$. Amostras destes materiais foram calcinadas a $700^\circ C$ por 90 min. As amostras são classificadas em tratadas com HCl (Tr) ou não (NTr) e calcinadas (700) ou não (NC)

O TiO_2 precursor (anatase) foi

Pela DRX vemos que os materiais não calcinados (fig.1a e 1b) correspondem a $H_2Ti_2O_5 \cdot H_2O$ (JCPDS 47-0124), mas no material tratado a cristalinidade é muito baixa. Quando calcinados a $700^\circ C$, o material não tratado (fig. 1d) resulta em $Na_2Ti_6O_{13}$ (JCPDS 37-0951) e o tratado com HCl (fig 1d) forma TiO_2 (rutilo)

Verifica-se que o tratamento ácido promove a troca iônica de Na^+ por H^+ , inviabilizando a formação do titanato de sódio².

A área superficial dos materiais não calcinados é de $440m^2/g$ (Tr) e de $200m^2/g$ (NTr), indicando que a eliminação do Na^+ possui um papel importante na formação da estrutura porosa do material.

A Fig. 2 apresenta as micrografias dos materiais não calcinados. Nota-se uma diferença de morfologia: embora os dois materiais consistam de aglomerados micrométricos de nanopartículas, somente no material não tratado observa-se a

formação de nanoestruturas semelhantes a fios com diâmetros inferiores a 40 nm.

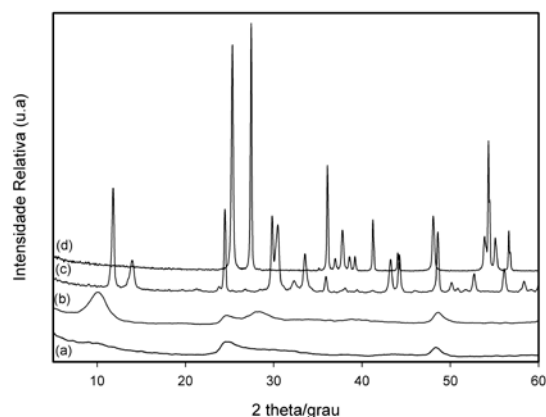


Figura 1. DRX dos materiais obtidos: (a) Tr-NC; (b) NTr-NC; (c) NTr-700; (d) Tr-700

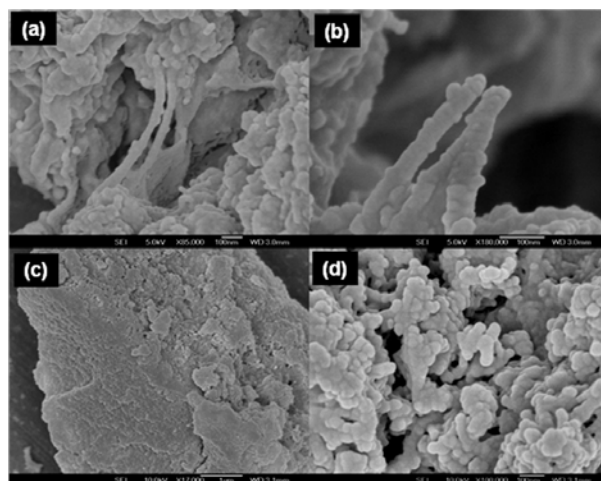


Figura 2. Micrografias das amostras não calcinadas. (a,b – não tratadas); (c,d – tratadas)

Conclusões

Titanatos podem ser obtidos a partir de TiO_2 pouco cristalino através de processo hidrotérmico em meio básico. A neutralização com HCl contribui para um aumento da área superficial, e evita a formação de titanato de sódio, provavelmente por um mecanismo de troca dos íons Na^+ por H^+ . (CNPq)

¹ Ou, H.-H; Lo, S.-L. *Separation and purification technology*. 2007, 58, 179.

²Poudel, B et al. *Nanotech*. 2005, 16, 1935.