

ISSN 2175-8395

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento

REDE DE NANOTECNOLOGIA APLICADA AO AGRONEGÓCIO

ANAIS DO VI WORKSHOP – 2012

Maria Alice Martins
Morsyleide de Freitas Rosa
Men de Sá Moreira de Souza Filho
Nicodemos Moreira dos Santos Junior
Odílio Benedito Garrido de Assis
Caue Ribeiro
Luiz Henrique Capparelli Mattoso

Editores

Fortaleza, CE
2012

Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

Embrapa Instrumentação

Rua XV de Novembro, 1452,
CEP 13560-970 – São Carlos, SP
Fone: (16) 2107-2800
Fax: (16) 2107-2902
<http://www.cnpdia.embrapa.br>
E-mail: sac@cnpdia.embrapa.br

Embrapa Agroindústria Tropical

Rua Dra. Sara Mesquita, 2270,
CEP 60511-110 – Fortaleza, CE
Fone: (85) 3391-7100
Fax: (85) 3391-7109
<http://www.cnpat.embrapa.br>
E-mail: sac@cnpat.embrapa.br

Comitê de Publicações da Embrapa Instrumentação

Presidente: João de Mendonça Naime
Membros: Débora Marcondes Bastos Pereira Milori, Washington Luiz de Barros Melo, Sandra Protter Gouvêa, Valéria de Fátima Cardoso.
Membro suplente: Paulo Sérgio de Paula Herrmann Júnior

Comitê de Publicações da Embrapa Agroindústria Tropical

Presidente: Antonio Teixeira Cavalcanti Júnior
Secretário-Executivo: Marcos Antonio Nakayama
Membros: Diva Correia, Marlon Vagner Valentim Martins, Arthur Cláudio Rodrigues de Souza, Ana Cristina Portugal Pinto de Carvalho, Adriano Lincoln Albuquerque Mattos e Carlos Farley Herbster Moura

Supervisor editorial: Dr. Victor Bertucci Neto

Capa: Mônica Ferreira Laurito, Pedro Hernandes Campaner

Imagens da capa:

Imagem de MEV-FEG de Titanato de potássio – Henrique Aparecido de Jesus Loures Mourão, Viviane Soares

Imagem de MEV de Eletrodeposição de cobre – Luiza Maria da Silva Nunes, Viviane Soares

Imagem de MEV de Colmo do sorgo – Fabrício Heitor Martelli, Bianca Lovezutti Gomes, Viviane Soares

Imagem de MEV-FEG de HPMC com nanopartícula de quitosana – Marcos Vinicius Lorevice, Márcia Regina de Moura Aouada, Viviane Soares

Imagem de MEV-FEG de Vanadato de sódio – Waldir Avansi Junior

Imagem de MEV de Fibra de pupunha – Maria Alice Martins, Viviane Soares

1ª edição

1ª impressão (2012): tiragem 300

Todos os direitos reservados.

A reprodução não-autorizada desta publicação, no todo ou em parte, constitui violação dos direitos autorais (Lei nº. 9.610).

CIP-Brasil. Catalogação na publicação.

Embrapa Instrumentação

Anais do VI Workshop da rede de nanotecnologia aplicada ao agronegócio 2012 – São Carlos: Embrapa Instrumentação; Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2012.

Irregular

ISSN: 2175-8395

1. Nanotecnologia – Evento. I. Martins, Maria Alice. II. Rosa. Morsyleide de Freitas. III. Souza Filho, Men de Sá Moreira de. IV. Santos Junior, Nicodemos Moreira dos. V. Assis, Odílio Benedito Garrido de. VI. Ribeiro, Caue. VII. Mattoso, Luiz Henrique Capparelli. VIII. Embrapa Instrumentação. IX. Embrapa Agroindústria Tropical.



Síntese hidrotérmica alcalina de óxidos de titânio: avaliação da temperatura de síntese

Henrique A. J. L. Mourão^{a*}, Tamyris Paschoal^a, Caue Ribeiro^b.

^a Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), Departamento de Química - Rod. Washington Luiz, km 235 – CEP: 13565-905, São Carlos, S P, Brasil.

^b EMBRAPA Instrumentação - Rua XV de Novembro, 1452 – CEP: 13560-970, CP 741, São Carlos, SP, Brasil.

*email: henriquepiou@yahoo.com.br

Projeto Componente: PC 5

Plano de Ação: PA 3

Resumo

Este trabalho apresenta um estudo sobre a temperatura de síntese hidrotérmica de óxido de Ti em meio alcalino, utilizando-se um precursor peroxo complexo de Ti obtido do isopropóxido de Ti. Os materiais foram sintetizados nas temperaturas de 125 – 250 °C e caracterizados por difração de raios X (DRX), espectroscopia Raman e microscopia eletrônica de varredura (MEV). A temperatura foi um parâmetro importante sendo que o processo de formação do óxido inicia-se a 175 °C. Além disso, dois padrões de nanoestruturas com morfologias diferentes foram observados nos materiais.

Palavras-chave: fotocatalisadores, método hidrotérmico, peroxo complexo de Ti, óxido de Ti.

Introdução

Na busca por potenciais fotocatalisadores que possam ser utilizados em processos de descontaminação de águas, o principal desafio é estudar os processos de sínteses destes materiais. Neste sentido, alguns parâmetros de síntese devem ser estudados, tais como tipo de precursor, tempo de síntese, temperatura de síntese, entre outros. O método hidrotérmico vem sendo muito utilizado na síntese de óxidos de Ti nanoestruturados que são os principais materiais usados em fotocatalise heterogênea. Neste sentido, Ribeiro e colaboradores apresentaram a síntese hidrotérmica de várias fases de óxidos de titânio utilizando um precursor do tipo

peroxocomplexo de Ti (peroxytitanium complex, PTC) obtido pela dissolução de Ti metálico com uma mistura de H₂O₂/NH₄OH [1]. Estruturas do tipo PTC também podem ser obtidas pela decomposição de Isopropóxido de Ti por H₂O₂, como já estudado no trabalho de Ribeiro e colaboradores [2]. No referido trabalho, os autores discutiram a síntese de nanocristais de óxido de Ti, especialmente nanobastões de TiO₂ rutilo, pelo tratamento hidrotérmico em meio ácido (pH 3) do PTC obtido do Isopropóxido de Ti, sendo estudado o efeito do tempo de tratamento (1 – 48 h) sobre as características dos nanocristais obtidos [2].

Desta maneira, este trabalho apresenta a avaliação da temperatura de tratamento hidrotérmico na síntese de óxido de Ti em meio alcalino.

Materiais e métodos

Foi feito um estudo sobre a influência da temperatura de tratamento hidrotérmico na obtenção de óxidos de titânio em meio alcalino. O precursor de Ti utilizado foi um peroxo complexo de Ti obtido a partir da decomposição do isopropóxido de Ti com H_2O_2 (Iso/PTC), de acordo com procedimentos já apresentados na literatura [2]. Os tratamentos hidrotérmicos do Iso/PTC em KOH 0,01 mol/L foram feitos nas temperaturas de 125, 150, 175, 200, 225 e 250 °C por 2 horas. Após as sínteses, estes materiais foram limpos por diálise, congelados e liofilizados para obtenção dos pós que foram utilizados nas caracterizações. Foi feita uma avaliação da evolução das fases por DRX e espectroscopia Raman, utilizando os aparelhos Shimadzu XRD 6000 em uma velocidade de varredura de 1° min^{-1} , e FT Raman-Bruker RFS 100/S, respectivamente. A avaliação da morfologia destes materiais foi feita por MEV/FE, usando o equipamento JEOL JSM – 6701F.

Resultados e discussão

Os materiais obtidos foram primeiramente caracterizados por DRX, como apresentado na Fig. 1. Os difratogramas das amostras obtidas no intervalo de temperatura de 200 – 250 °C apresentaram somente a presença de TiO_2 anatase. Nos difratogramas dos materiais obtidos em temperaturas inferiores, observa-se a presença de dois picos pequenos e alargados a $2\theta \approx 10^\circ$ e 26° relacionados com as características do precursor Iso/PTC, o que indica que até 175 °C a estrutura do precursor não foi totalmente degradada pelo tratamento hidrotérmico. A partir desta temperatura, se inicia a formação do óxido visto que pode-se observar um pequeno pico à aproximadamente 25° relativo aos planos (101) da fase TiO_2 anatase.

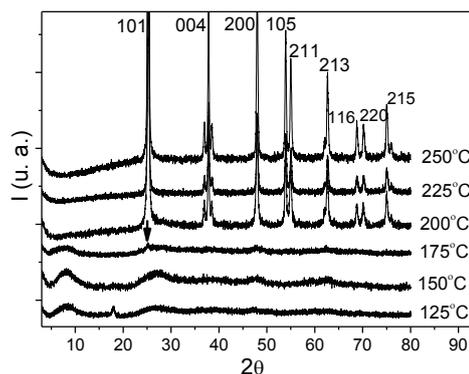


Fig.1. Difratogramas de raios X das amostras obtidas em diferentes temperaturas. No difratograma 250 °C estão identificados os picos do TiO_2 anatase.

As amostras também foram caracterizadas por espectroscopia Raman para confirmação da fase, como apresentado na Fig. 2. Espectros similares à fase TiO_2 anatase foram observados para as amostras obtidas de 200 – 250 °C. A única ressalva é para a presença de um pequeno pico a aproximadamente 280 cm^{-1} na amostra obtida a 200 °C que não é atribuído a esta fase. Os espectros das outras amostras (125 – 175 °C) são diferentes e os principais picos observados (linhas tracejadas) nestas amostras foram a aproximadamente 284, 523, 680 e 905 cm^{-1} , que são devidos a deslocamentos relativos ao precursor peroxo complexo de Ti Iso/PTC [3]. Semelhante aos resultados de DRX, o espectro Raman da amostra obtida a 175 °C demonstrou a presença de um pequeno pico a aproximadamente 144 cm^{-1} relativo à fase TiO_2 anatase, comprovando que o processo de formação deste óxido inicia-se nesta temperatura, embora este material ainda tenha grandes quantidades do precursor Iso/PTC.

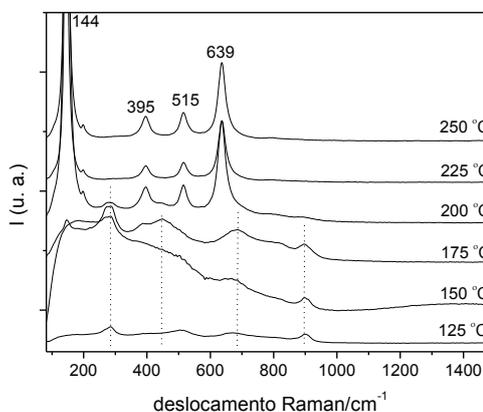


Fig. 2. Espectros Raman das amostras obtidas em

diferentes temperaturas. No espectro 250 °C estão identificados os picos do TiO₂ anatase.

A Fig. 3 apresenta as imagens obtidas por MEV/FEG para todas as amostras sintetizadas em diferentes temperaturas. Como pode ser observado, aglomerados sem morfologia definida foram observados nas amostras obtidas a 125 e 150 °C. Já na imagem da amostra obtida a 175 °C é possível observar duas regiões distintas, compostas por ‘nanoagulhas’ ou por um material sem morfologia definida, semelhante ao que já foi observado nas imagens das amostras sintetizadas em temperaturas inferiores. A partir da temperatura de síntese de 200 °C, as morfologias das amostras são similares a nanobastões, sendo que em 250 °C observa-se também a presença de algumas nanopartículas de base quadrangular.

1. C. Ribeiro; C. M. Barrado; E. R. Camargo; E. Longo; E. R. Leite; *Chem. Eur. J.* 2009, 15, 2217.
2. C. Ribeiro; C. Vila; D. B. Stroppa; V. R. Mastelaro; J. Bettini; E. Longo; E. R. Leite *J. Phys. Chem. C* 2007, 111, 5871.
3. P. Tengvall; T. P. Vikinge; I. Lundstrom; B. Liedberg *J. Colloid Interface Sci.* 1993, 160, 10.

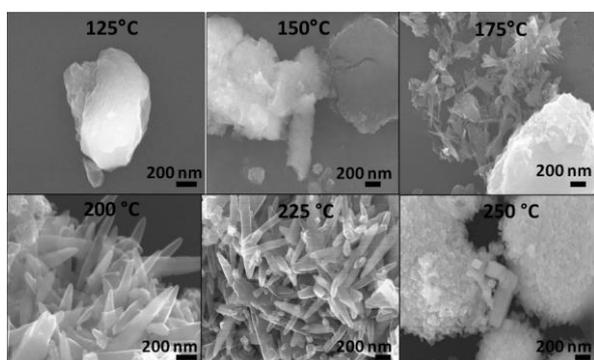


Fig. 3. Imagens obtidas por MEV/FEG das amostras obtidas em diferentes temperaturas.

Conclusões

Os resultados demonstraram que a temperatura de tratamento hidrotérmico é um parâmetro importante para as sínteses de óxidos de Ti em meio alcalino. O processo de formação do óxido iniciou na temperatura de 175 °C, mas o precursor foi totalmente degradado somente a partir de 200 °C. Além disso, as imagens obtidas por MEV indicaram a presença de dois padrões de nanopartículas com morfologias diferentes, o que indicou que estas foram formadas por dois processos de formação distintos.

Agradecimentos

CNPQ, CAPES, FINEP, EMBRAPA, FAPESP, DQ/UFSCar.

Referências
