

ISSN 2175-8395

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

**ANAIS DO VII WORKSHOP DA REDE DE
NANOTECNOLOGIA APLICADA AO AGRONEGÓCIO**

Maria Alice Martins
Odílio Benedito Garrido de Assis
Caue Ribeiro
Luiz Henrique Capparelli Mattoso

Editores

Embrapa Instrumentação
São Carlos, SP
2013

Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

Embrapa Instrumentação

Rua XV de Novembro, 1452
Caixa Postal 741
CEP 13560-970 - São Carlos-SP
Fone: (16) 2107 2800
Fax: (16) 2107 2902
www.cnpdia.embrapa.br
E-mail: cnpdia.sac@embrapa.br

Comitê de Publicações da Unidade

Presidente: João de Mendonça Naime
Membros: Dra. Débora Marcondes Bastos Pereira Milori
Dr. Washington Luiz de Barros Melo
Sandra Protter Gouvea
Valéria de Fátima Cardoso
Membro Suplente: Dra. Lucimara Aparecida Forato

Revisor editorial: Valéria de Fátima Cardoso
Capa - Desenvolvimento: NCO; criação: Ângela Beatriz De Grandi
Imagem da capa: Imagem de MEV-FEG de Titanato de potássio – Henrique Aparecido de Jesus
Loures Mourão, Viviane Soares

1ª edição

1ª impressão (2013): tiragem 50

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 VII Workshop da rede de nanotecnologia aplicada ao agronegócio –
2012 - São Carlos: Embrapa, 2012.

Irregular
ISSN 2175-8395

1. Nanotecnologia – Evento. I. Martins, Maria Alice. II. Assis, Odílio Benedito Garrido de.
III. Ribeiro, Caue. IV. Mattoso, Luiz Henrique Capparelli. V. Embrapa Instrumentação.

© Embrapa 2013

SÍNTESE DE TiO₂ EMPREGANDO-SE O MÉTODO DOS PRECURSORES POLIMÉRICOS

Regiane C. Oliveira¹, Caue Ribeiro de Oliveira¹, Elaine C. Paris¹

Universidade Federal de São Carlos

g.ianeoliveira@hotmail.com; elaine.paris@embrapa.br

Projeto Componente: PC5 Plano de Ação: PA3

Resumo

Neste trabalho, pós de TiO₂ foram preparados pelo método dos precursores poliméricos (Pechini). Estudou-se a influência do pH da resina polimérica sob a cristalinidade e formação da fase. Os pós foram analisados por difratometria de raios X.

Palavras-chave: TiO₂, Método dos precursores poliméricos

Introdução

O óxido de titânio (TiO₂) é um óxido anfótero, e polimórfico, podendo existir em três formas cristalográficas: anatásio (tetragonal), brookita (ortorrômbica) e rutilo (tetragonal) [SOARES et al., 2011]. Por ser um material atóxico e quimicamente inerte, o TiO₂ é aplicado em diversas áreas, tais como pigmento branco, células solares, purificação de meio ambiente e na decomposição do gás carbônico [COSTA et al., 2006]. Recentemente o método dos precursores poliméricos tem se destacado na obtenção de pós nanométricos, com tamanho de partícula controlado, alta pureza e homogeneidade química, além de apresentar um custo relativamente baixo [PECHINI, 1967]. Neste trabalho são apresentados os resultados da síntese do TiO₂ obtidos por meio do método dos precursores poliméricos. Estudou-se a influência do pH nas características estruturais dos pós de TiO₂.

Materiais e métodos

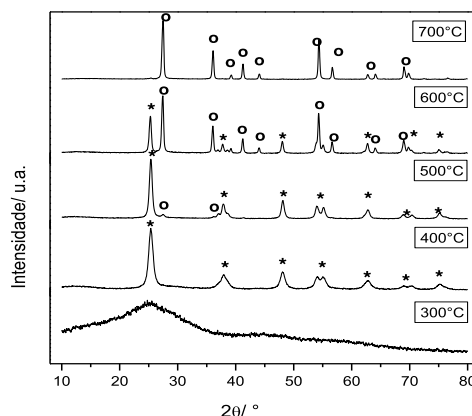
Inicialmente o ácido cítrico (C₆H₈O₇, 99,5%, Dinâmica) foi dissolvido em água, sem aquecimento e sob agitação. Em seguida foi adicionado isopropóxido de titânio (Ti(OCH(CH₃)₂)₄, 97%, Sigma-Aldrich), mantendo uma relação molar de 1 mol de Ti (IV) para 3 mols de ácido cítrico. Esta solução foi mantida sob agitação e aquecimento, a aproximadamente 100 °C, até a obtenção de uma solução límpida, levemente esverdeada. Nesta etapa é obtido um meio reacional com pH

igual a 1. Então, uma outra solução, a fim de verificar a influência do pH na síntese, à mesma foi controlado adicionando hidróxido de amônio, (NH₄OH, 27%, Synth), para um valor de aproximadamente sete. À esta solução foi adicionado etilenoglicol (C₂H₆O₂, 99,5%, Synth).

Em seguida, a mesma foi submetida a uma pré-calcinação a 300 °C por 2 h para o início da pirólise do poliéster. Para a obtenção do óxido foram realizados tratamentos térmicos à 300; 400; 500; 600 e 700 °C por 2 h. Os pós foram caracterizados por difração de raios X, na faixa de 10 à 80°, com velocidade de 1°/min.

Resultados e discussão

As Figs 1 e 2 apresentam o padrão de raios X dos pós de TiO₂ obtido pelo método Pechini, com o valor de pH ácido e alcalino (~7) calcinados a 300; 400; 500; 600 e 700 °C por 2 h.



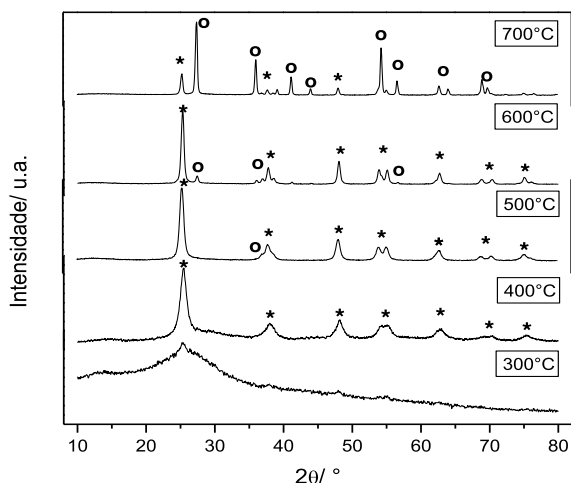


Fig. 2: Difratoograma de raios X dos pós de TiO_2 , para o valor de pH alcalino. (*picos da fase anatase; ° picos referentes a fase rutilo).

Observa-se que em ambos os casos, na temperatura de 300 °C não há formação de fase. Já em 400 °C é observado apenas a fase cristalina anatásio, cujos picos de difração correspondentes estão identificados no padrão de difração. Em ambos os padrões, pode-se observar que a partir da temperatura de 500 °C, além da fase anatásio, inicia-se a formação da fase rutilo. É possível observar também que para a resina de pH 1 a formação da fase rutilo pura ocorre em 700 °C, diferente da resina alcalina. De acordo com a literatura [RANGEL et al., 2000], o meio básico facilita a aproximação dos grupos citratos, efetivando a polimerização realizada pelo etilenoglicol, dificultando a perda de orgânicos e a mudança de fase de anatásio para rutilo. Favorecendo a formação da fase anatásio.

Conclusões

O método de Pechini foi eficiente para a obtenção de cristais de TiO_2 . A análise de difração de raios X mostrou que houve apenas a formação da fase anatásio em 400 °C, para ambas as resinas, preparadas em pH igual a 1 e ~7. Entretanto, para a resina de pH igual a 1 observou-se que em 700 °C houve a formação fase rutilo puro, sem nenhum traço da fase anatásio. Portanto, pode-se concluir que o pH influencia a cristalinidade e a formação de fase do TiO_2 .

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, Finep, Capes e Projeto MP1 Rede Agronano – Embrapa.

Referências

COSTA, A. C. F. M.; VILAR, M. A.; LIRA, H. L.; KIMINAMI, R. H. G. A.; GAMA, L. Synthesis and characterization of TiO_2 nanoparticles. *Cerâmica*, Brasil, v. 52, 2006.

M. P. PECHINI, U.S. Patent 3.330.697 (1967)

RANGEL, J. H.; PONTES, F. M. L.; LEITE, E. R.; VARELA, J. A. Filmes finos de titanato de chumbo e lantânio. *Cerâmica*, Brasil, v. 46, p.300, 2000.

SOARES, G. B.; BRAVIN, B.; VAZ, C. M. P.; RIBEIRO, C., Deposition of TiO_2 and Ag:TiO_2 thin films by the polymeric precursor method and their application in the photodegradation of textile dyes. *Applied Catalysis B: Environmental*, Brasil, v.106, p. 287–294, 2011