

# SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE $\text{TiO}_2$ E SUA APLICAÇÃO NA SÍNTESE DE NANOTUBOS

*Ludiane N. Costa (PIBIC/CNPq); Maria Rita de M. C. Santos (colaborador, Depto. de Química –UFPI); Alessandra Freitas (colaborador, Depto. de Química –UFPI); José Milton Elias de Matos (Orientador, Depto. de Química –UFPI).*

## 1. INTRODUÇÃO

A descoberta dos nanotubos de carbono (CNT) em 1991, que são promissores para muitas aplicações, estimularam consideravelmente a síntese de novas estruturas inorgânicas baseada em óxidos metálicos. Em particular, o óxido de titânio nanoestruturado tem despertado grande interesse devido ao seu amplo potencial de aplicações como catalisador, armazenamento de  $\text{H}_2$ , células solares, sensores e baterias de lítio. Até agora, três métodos foram desenvolvidos para a preparação de  $\text{TiO}_2$  baseados nas estruturas tubulares: síntese química (modelo), síntese eletroquímica (anodização de metais Ti), e o método hidrotérmico alcalino (BAVYKIN et al., 2006).

Kasuga et al., 1998 relataram a primeira síntese hidrotérmica de nanotubos de titanato a partir da reação de partículas de  $\text{TiO}_2$  e NaOH concentrado, seguido por lavagem ácida. Além disso, de acordo com as condições de síntese poderia-se ajustar a reação a fim de se fabricar outras estruturas de titanato, incluindo nanotubos, nanofolhas, nanobastões/nanofios e nanofitas/nanofibras (KASUGA et al., 1998).

O presente trabalho procura desenvolver uma rota de preparo rápido, combinando temperaturas relativamente baixas, pressão atmosférica e aparelhos simples com uma conversão elevada, boa reprodutibilidade e a capacidade para controlar a morfologia das nanoestruturas, partindo de  $\text{TiO}_2$  sintetizado em nosso laboratório e compará-lo com o P25 (comercial de Degussa).

## 2. METOLOGIA

A síntese de nanotubos de titânio foi realizada com base no método de Kasuga, onde os precursores (comerciais e obtidos no próprio laboratório) foram tratados com NaOH e NaCl, variando tempo e temperatura de reação.

Os óxidos de  $\text{TiO}_2$  (0,5g) foram misturados em quantidades proporcionais ao NaOH (50 mL) e NaCl (50 mL) em um reator de Teflon, em seguida o mesmo foi levado à estufa por um tempo de 24h e uma variação de temperatura que se estendeu de 100 °C a 200 °C, intercalando cerca de 20 °C a cada síntese.

Após esse processo o material sintetizado com NaOH foi repetidamente lavado com uma solução de HCl – 0,1M, na intenção de diminuir o pH, deixando-o próximo a 7,0. Já o material sintetizado com NaCl precisou passar apenas por lavagens com água, no intuito de retirar o

excesso de íons  $\text{Cl}^-$ . Ambos foram lavados com o auxílio de uma centrífuga e em seguida recolocados na estufa a uma temperatura de aproximadamente  $100^\circ\text{C}$  para secagem.

O material obtido foi caracterizado por DRX e infravermelho, possibilitando a identificação da fase, interação metal-oxigênio e tamanho de cristalito do óxido metálico formado.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A formação de nanotubos com base em um tratamento alcalino inclui várias etapas. A dissolução parcial da fonte inicial de titânio e liberação do mesmo como  $\text{Ti}(\text{IV})$ , em solução alcalina, são acompanhadas pela formação de finas estruturas de titanato de camadas com uma espessura característica de vários nanômetros. A forma química exata dos titanatos dissolvido (IV) e a estrutura cristalina final (nanotubos, nanofitas, nanofibras) é obtida através da caracterização do material. No presente trabalho tal caracterização se deu por meio do DRX e Infravermelho.

No infravermelho pode-se verificar uma banda de intensidade característica de um nanotubo padrão, que por sua vez é representado pelo espectro NT e pelas amostras T1( $160^\circ\text{C}$ ) e T6( $180^\circ\text{C}$ ), sintetizadas com  $\text{TIO}_2$  - 30%, como mostrado na Figura 1. A identificação das fases cristalinas dessas amostras também pode ser feita observando a intensidade das bandas formadas em determinados comprimentos de ondas, que atribuem a presença de estiramentos  $\text{Ti-OH}$ ,  $\text{Ti-O-Na}$ ,  $\text{Ti-O}$  e  $\text{Ti-O-Ti}$ . Assim como para o  $\text{TIO}_2$  - 30%, também foram feitas análises no infravermelho para as amostras de  $\text{TIO}_2$  - 10% e Degussa P25.

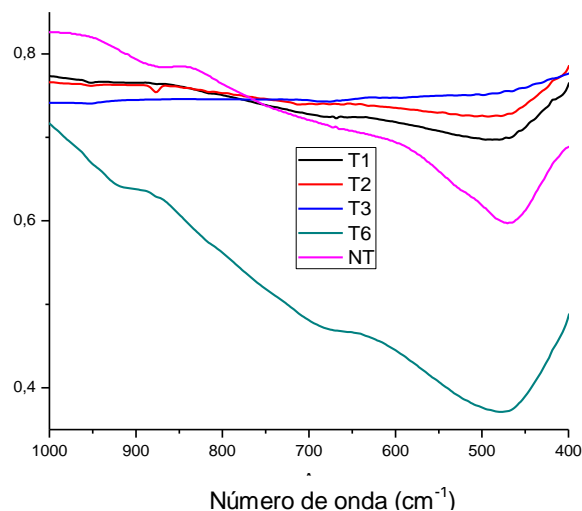


FIGURA 1: Espectros do Infravermelho correspondentes a amostras sintetizadas a partir do  $\text{TIO}_2$  - 30%.

Além das análises realizadas através do Infravermelho, utilizou-se também o DRX para o estudo da morfologia e da estrutura dos nanotubos em questão. O mecanismo de formação de nanotubos de titanato inclui várias etapas, partindo da formação de nanofolhas. Em geral os gráficos de DRX apresentam quatro picos característicos de nanotubos (por volta de  $10^\circ$ ,  $25^\circ$ ,  $28^\circ$  e  $48^\circ$ ). Na Figura 2 tem-se um exemplo claro da formação de nanotubos para as amostras

sintetizadas a partir da Degussa P25 com NaOH, exibindo picos em torno de  $10^\circ$ ,  $25^\circ$  e  $28^\circ$  característicos da anatase. Foram feitas análises de DRX também para as amostras de  $\text{TiO}_2$  - 10%,  $\text{TiO}_2$  - 35% e degussa P25 com NaCl como solvente.

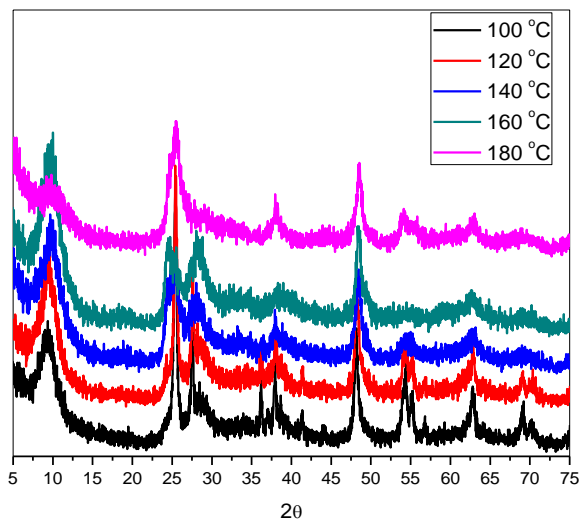


FIGURA 2: Difratoograma de Raio-X correspondente a amostras sintetizadas a partir da Degussa P25 com NaOH.

Em todos os casos a espectroscopia de infravermelho e DRX possibilitaram o estudo estrutural do  $\text{TiO}_2$  e dos nanotubos de titânia, favorecendo a identificação e a composição dos mesmos.

#### 4. CONCLUSÃO

O estudo sistemático sobre o efeito das condições de síntese, incluindo a temperatura, tipo de precursor, influência do sal e do meio alcalino sobre a morfologia dos titanatos nanoestruturados, permitiram verificar em que condições de procedimento a formação de nanotubos é mais favorável, além disso a síntese desses materiais fornece uma ampla variedade de aplicações possíveis devido à combinação única das suas propriedades químicas e físicas.

#### 5. REFERENCIAS

KASUGA, T., HIRAMATSU, M., HOSON, A., SEKINO, T., NIIHARA, K. Titania Nanotubes Prepared by Chemical Processing. **Advanced materials**. v.11, p.1307–1311, 1999.

BAVYKIN, D. V., FRIEDRICH, J. M., WALSH, F. C. Protonated Titanates and  $\text{TiO}_2$  Nanostructured Materials: Synthesis, Properties and Applications. **Advanced materials**. v.18, p. 2807- 2824, 2006.

**Palavras-chave:** Nanotubos. Titanato. Síntese hidrotermica.