

Karina Acosta Kaminski (IC), Ana Paola Beltrão Nunes (PG) e Celso Camilo Moro (PQ)

LSS - Laboratório de Sólidos e Superfícies, Instituto de Química, UFRGS.

## INTRODUÇÃO

Nanotubos de  $\text{TiO}_2$  têm sido amplamente empregados em fotocatalise, pois a área superficial destes materiais e a razão superfície/volume aumentam drasticamente com o decréscimo de tamanho do material. A alta área superficial trouxe, pelo pequeno tamanho de partícula, benefícios a muitos dispositivos feitos de  $\text{TiO}_2$ , dentre elas as facilidades de reação/interação as quais principalmente ocorrem na superfície ou na interface e dependem fortemente da medida de área superficial do material.

Nesse trabalho se relata a síntese de nanotubos de titânio via processo hidrotérmico, a caracterização dos materiais obtidos por difratometria de raios X, determinação da área superficial, microscopia eletrônica de transmissão, determinação de energia do *band gap* e testes fotocatalíticos na degradação da rodamina B.

## METODOLOGIA

Para a síntese foram utilizados 200 mL de solução aquosa de NaOH (Vetec) 10 mol/L e 6 g de  $\text{TiO}_2$  P25 (Degussa) como material precursor. Após a homogeneização a mistura foi transferida para 4 autoclaves de aço inox de 60 mL, revestidas com politetrafluoretileno. As autoclaves foram colocadas em estufa a 140 °C por 48 horas. Depois de retiradas da estufa, as amostras foram divididas em três partes, filtradas e lavadas com  $\text{H}_2\text{O}$  e HCl 0,1 mol L<sup>-1</sup> até pHs 8, 7 e 4 respectivamente. Os precipitados foram secados em estufa a 80 °C por 12 horas.

Uma parte do material obtido foi calcinado às temperaturas de 300, 350, 500 e 650 °C. De todas foram obtidos difratogramas de raios X e determinouse a área BET. Somente a amostra não calcinada foi analisada por TEM. A determinação da energia de *band gap* foi feita por Espectroscopia de Refletância Difusa e os ensaios de atividade fotocatalítica foram realizados medindo-se a degradação do corante rodamina B.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 mostra o esquema de formação dos nanotubos a partir do  $\text{TiO}_2$  na forma de anatase, até a lavagem do material formado com HCl.

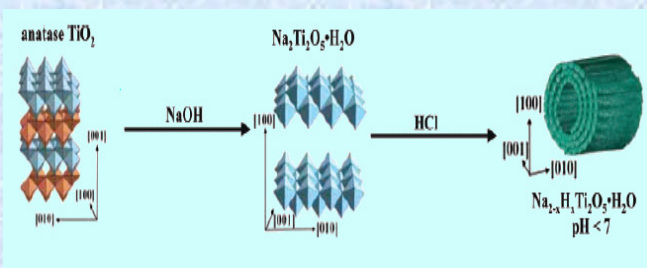


Figura 1 – Processo de formação da estrutura tubular dos nanotubos de  $\text{TiO}_2$

A Figura 2 mostra uma imagem obtida por TEM com aumento de 400 k do material retirado da estufa e não calcinado. A Figura 3 mostra os difratogramas de raios X obtido dos materiais.

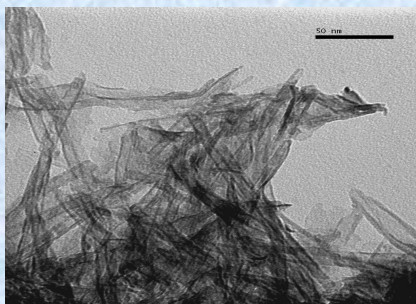


Figura 2 - Imagens de TEM (400 k) de nanotubos de titânio.

Analisando a Figura 2 se observa que os nanotubos têm diâmetro aproximado de 10 nm, com aproximadamente 1 nm de espessura de parede. Já a Figura 3 mostra que o material não calcinado tem a estrutura cristalina de titanatos enquanto que o material calcinado a 300 °C apresenta a estrutura de anatase e o de 650 °C igualmente com uma pequena parcela de rutilo.

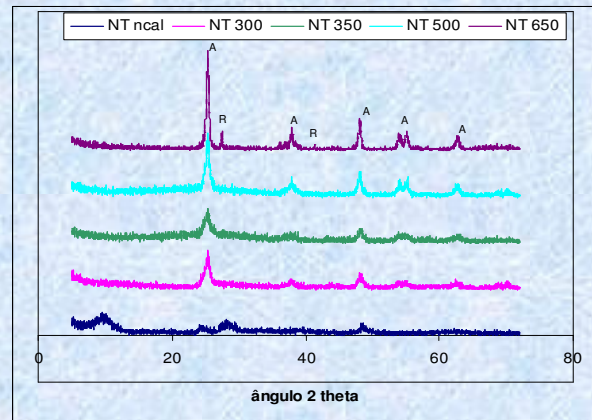


Figura 3 - Difratogramas dos materiais obtidos.

Os valores da área superficial (BET) tiveram uma diminuição com o aumento da temperatura de calcinação e com o aumento do pH da água de lavagem. As medidas de *band gap* também foram influenciadas pela temperatura de calcinação e o pH da lavagem. Com relação à atividade catalítica observou-se que as amostras com menores valores de *band gap* apresentaram melhores resultados. Os dados estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 – Características dos catalisadores preparados

Amostras	Área BET (m <sup>2</sup> /g)	E <sub>g</sub> (eV)	Constante de Velocidade de Reação (min <sup>-1</sup> )
P25	56	3,28	k= 0,0088
NT4	375	3,41	k= 0,0084
NT4 350	200	3,3	k= 0,0077
NT4 500	150	3,23	k = 0,0085
NT7	225	3,5	-
NT7 300	214	-	Não reagiu
NT7 350	170	3,37	-
NT7 500	90	3,29	-
NT7 650	85	3,19	k = 0,0085
NT8	216	3,61	Não reagiu
NT8 350	190	3,45	Não reagiu
NT8 500	105	3,42	k= 0,0007

## CONCLUSÃO

Nanotubos de óxido de titânio foram obtidos por meio da síntese hidrotérmica, confirmados pela sua estrutura vista ao microscópio eletrônico de transmissão e também por XRD. Com o aquecimento do material ocorre a transformação de fase de trititanatos para anatase e com um maior aquecimento o aparecimento da fase rutilo como pode se observar pela alteração do formato e da posição dos picos no difratograma. Com o aquecimento observa-se um aumento na cristalização e também uma diminuição da área superficial.

As medidas de energia de *band gap* mostraram que os valores da mesma aumenta com o aumento do pH e diminuem com o aumento da temperatura de calcinação.

As medidas de atividade catalítica confirmaram que os materiais com menor valor de energia de *band gap* apresentam maiores valores da constante cinética de reação.

Os resultados desse trabalho permite concluir que os catalisadores de titânio nanoestruturados têm potencial aplicação como fotocatalisadores na degradação de substâncias orgânicas.