

1. INTRODUÇÃO

Dióxido de titânio (TiO₂) é uma das nanoestruturas mais utilizadas como fotocatalisadores na degradação de compostos orgânicos. É um semicondutor que possui amplo *band gap*; 3,2, 3,02, e 2,96 eV para anatase, rutilo e brookita, respectivamente, sendo a fase anatase a preferida para este tipo de aplicação. Dentro deste contexto, o objetivo geral do presente trabalho foi produzir TiO₂ pelo método hidrotérmico, analisar a influência do pH do meio reacional, caracterizar sua microestrutura e avaliar a atividade fotocatalítica na degradação de corante.

2. OBJETIVO

- Avaliar a atividade fotocatalítica de TiO₂ produzido através da rota OPM e síntese hidrotérmica em diferentes pHs do meio reacional.

3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O óxido foi preparado a partir do método dos peróxidos oxidante em um microondas no tempo de 30 minutos e na temperatura 200°C. Para investigar a influência do pH, adicionou-se uma solução aquosa de pH 1 e 14 no precipitado filtrado e as misturas de cada experimento foram submetidas a tratamento hidrotérmico por 2 horas na temperatura de 200°C. Os pós obtidos foram caracterizados quanto sua microestrutura pelo método Branauer, Emmet e Teller - BET (área superficial), difração de raios-X - DRX (fases cristalinas), microscopia eletrônica de varredura - MEV (análise morfológica), microscopia eletrônica de transmissão - MET (tamanho de cristalito) e fotoluminescência. Para realização dos ensaios de fotocatalise, foi utilizado o corante alaranjado de metila como composto modelo. Em um experimento típico, 100 mg de catalisador foram adicionados em 100 mL de uma solução 20 ppm do corante. A Figura 1 apresenta o fluxograma do procedimento experimental adotado.

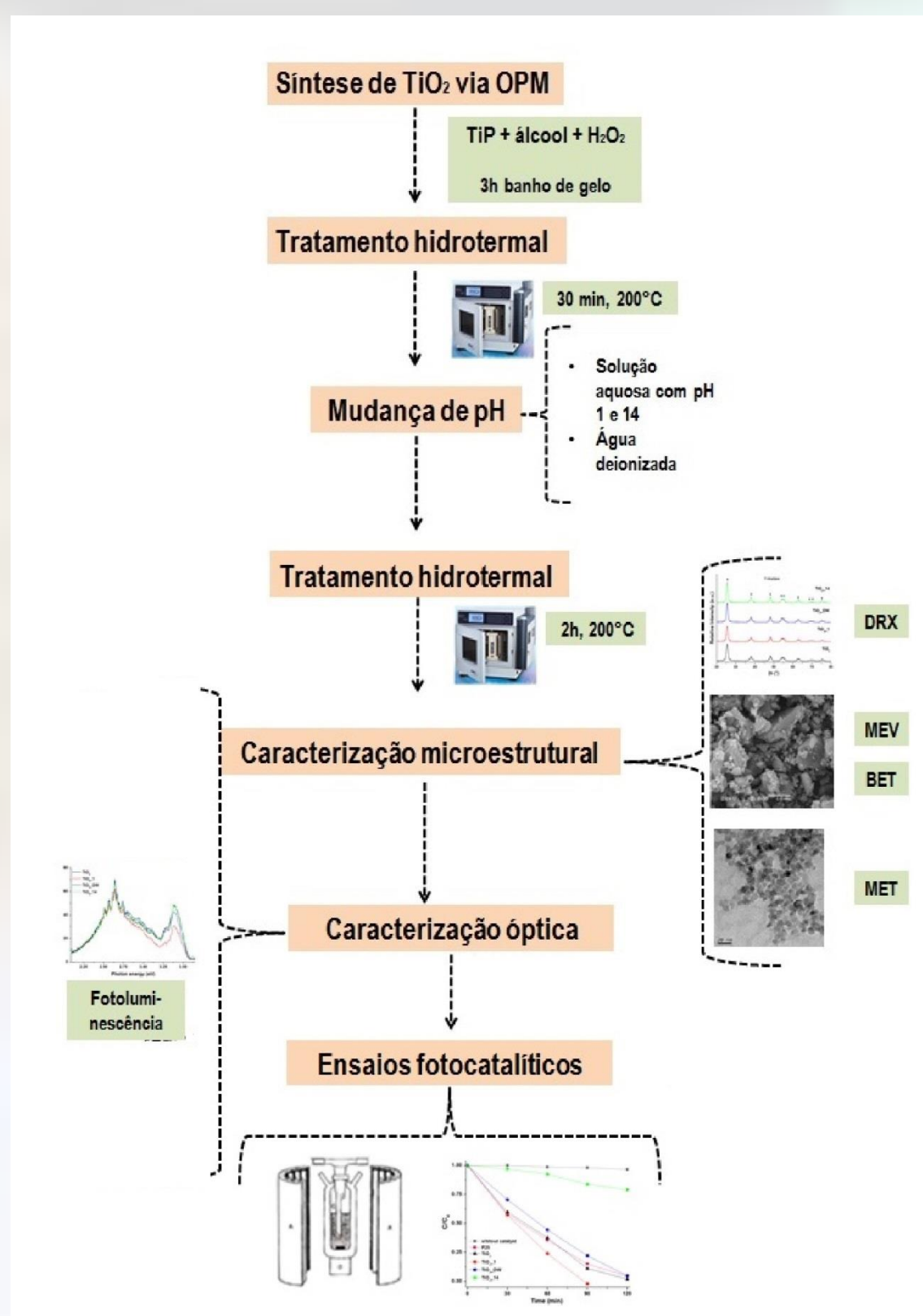


Figura 1 - Fluxograma do procedimento experimental adotado neste trabalho.

Os pós obtidos foram chamados de TiO₂_1 (tratamento hidrotérmico feito em pH 1), TiO₂_AD (tratamento hidrotérmico feito em água deionizada pura), TiO₂_14 (tratamento hidrotérmico feito em pH 14).

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os difratogramas de raios X dos pós preparados pela rota OPM e tratamento hidrotérmico com diferentes pHs do meio reacional, como descrito anteriormente, podem ser observados na Figura 2, picos da fase anatase (JCPDF 00-001-0562) com um bom grau de cristalinidade foram observados nos difratogramas de todas as amostras preparadas independente do pH das soluções.

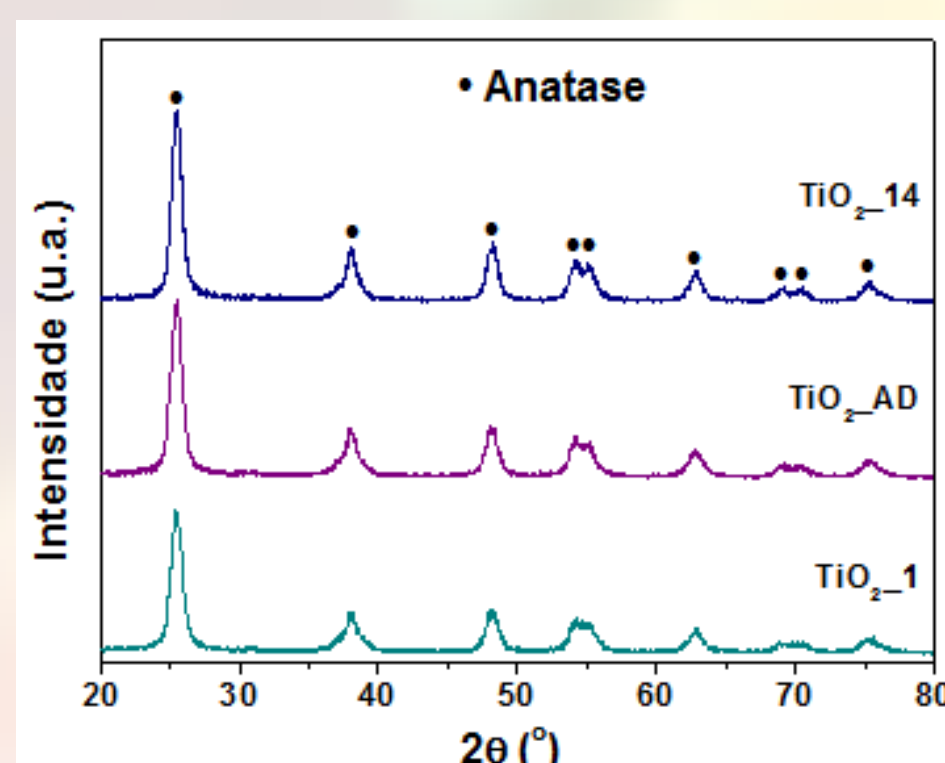


Figura 2 - Difratogramas de raios X das amostras.

A Figura 3 apresenta as morfologias das amostras (Imagens de MEV) e suas respectivas áreas superficiais. É interessante notar que todos os pós exibiram grandes aglomerados com formatos irregulares e complexos.

As imagens de MET mostradas na Figura 4 mostram nanocristais esféricos agregados com tamanho de partículas variando de 10,7 (Fig. 4a) a 14,2 nm (Fig. 4d).

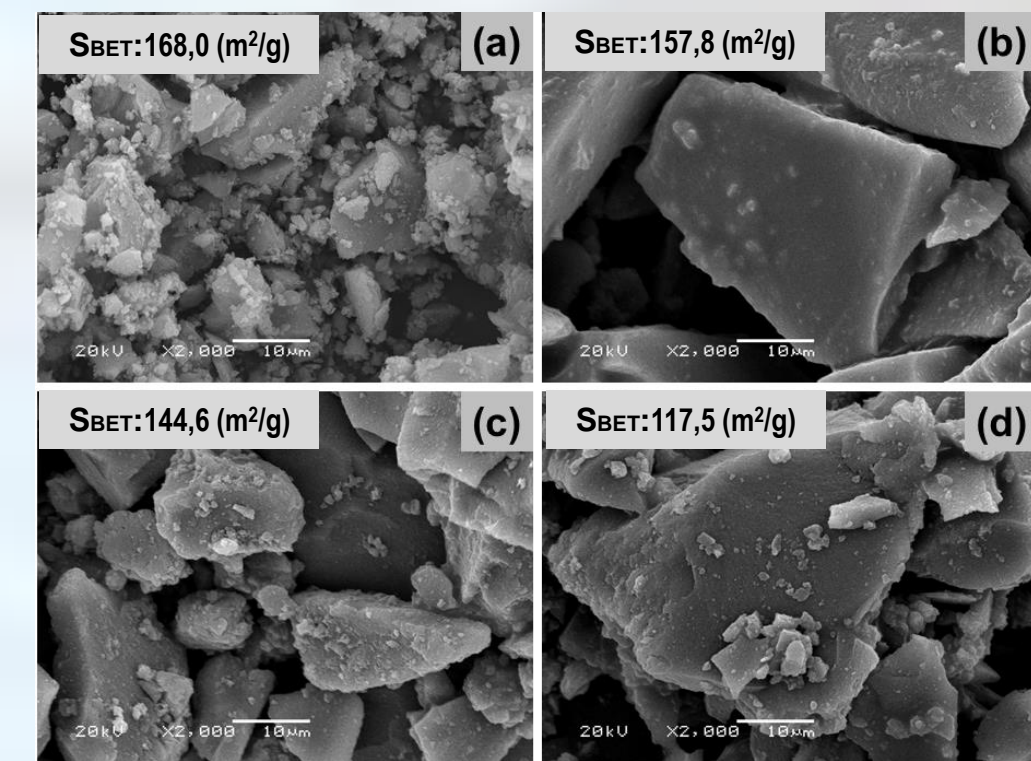


Figura 3 - Imagens de MEV e área superficial dos pós sintetizados através da rota OPM e tratamento hidrotérmico: (a) TiO₂, (b) TiO₂_1, (c) TiO₂_AD, e (d) TiO₂_14.

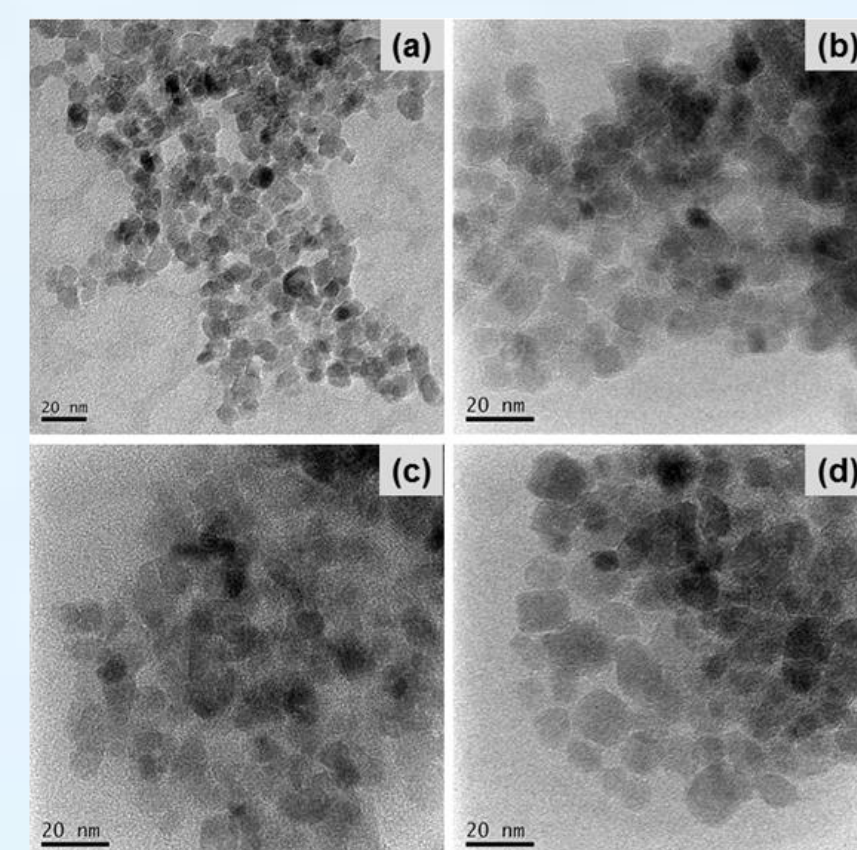


Figura 4 - Imagens de MET dos pós sintetizados através da rota OPM e tratamento hidrotérmico: (a) TiO₂, (b) TiO₂_1, (c) TiO₂_AD, e (d) TiO₂_14.

A Figura 5 mostra o espectro de fotoluminescência das amostras de TiO₂ tratadas termicamente em diferentes pHs. Como pode ser observado, as nanoestruturas tratadas termicamente em pH ácido (TiO₂_1) exibiram menores intensidades fotoluminescentes quando comparada com as demais amostras.

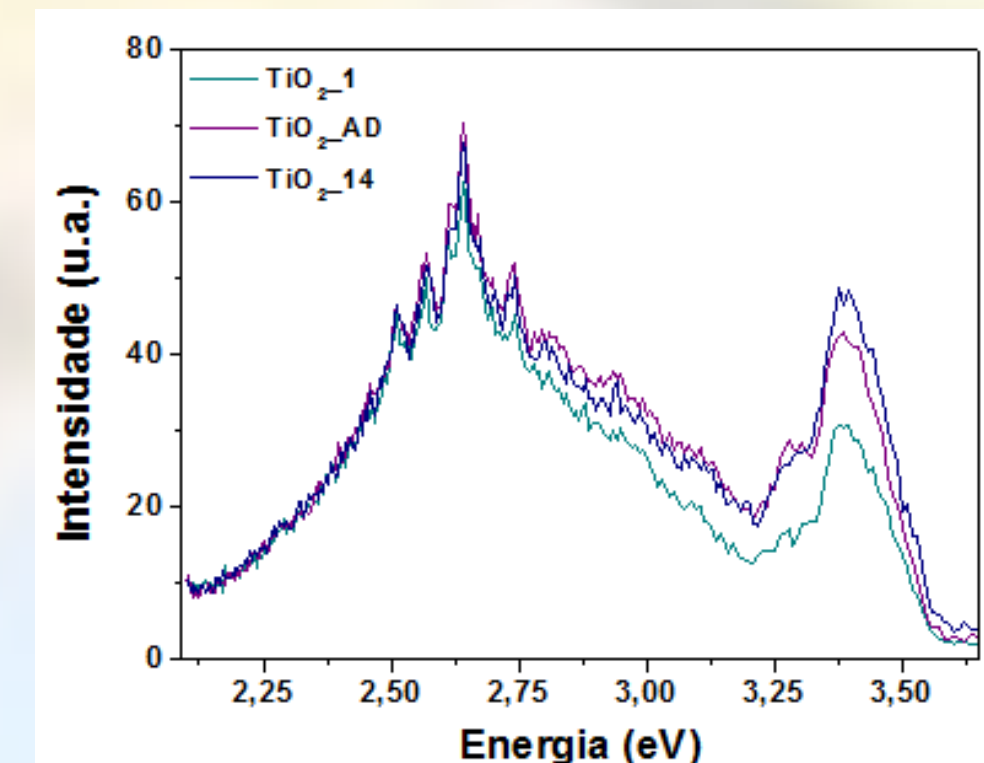


Figura 5 - Espectro de fotoluminescência das amostras de TiO₂.

De acordo com a literatura, o espectro de fotoluminescência torna-se menos intenso com o aumento da concentração de íons H⁺ no processo de síntese provavelmente porque as modificações ácidas em TiO₂ favorecem melhor a separação eficiente dos portadores de cargas.

A Figura 6 mostra as curvas de degradação para o alaranjado de metila para as amostras preparadas neste trabalho e o TiO₂ P25 comercial. A partir das curvas de degradação do alaranjado de metila, pode-se concluir primeiramente que, após 120 min de reação sem catalisador, a diminuição da concentração do corante é negligenciável (aproximadamente 5%).

Também observamos que a amostra preparada com pH 1 teve melhor atividade fotocatalítica isso ocorre porque o desempenho fotocatalítico da amostra TiO₂_1 está relacionado com a acidez da superfície do catalisador. Em geral, a protonação da superfície como resultado da diminuição do pH do sistema possui um importante papel na atividade fotocatalítica porque favorece a adsorção de compostos orgânicos e algumas espécies reativas

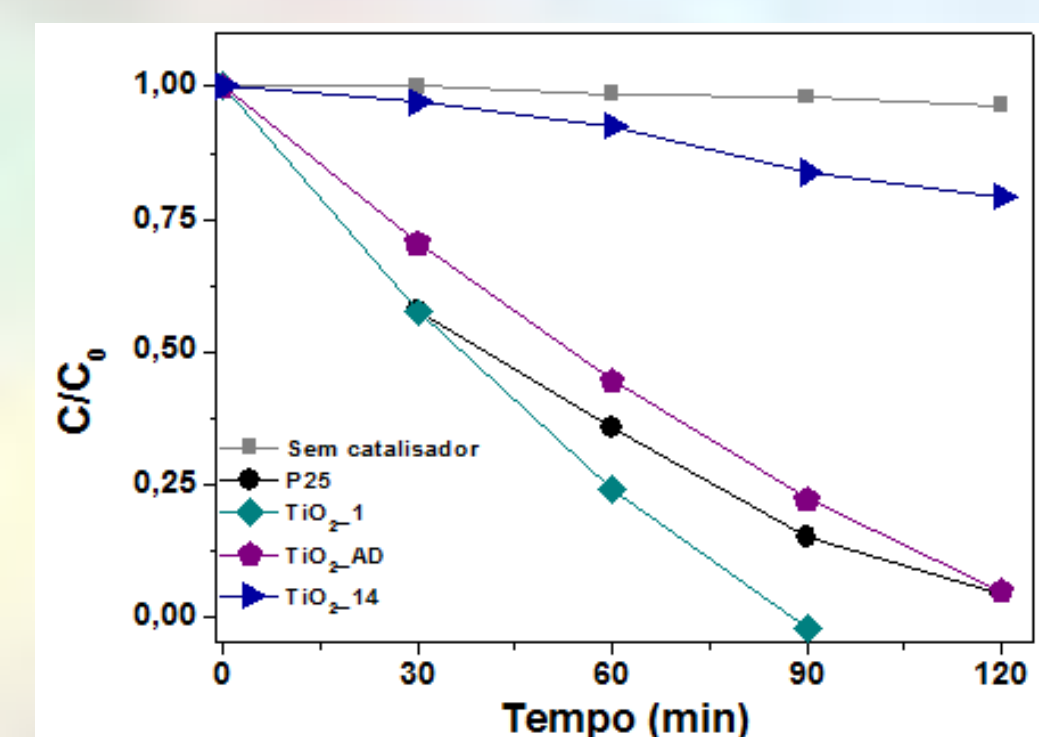


Figura 6 - Degradação fotocatalítica do alaranjado de metila em radiação UV com diferentes fotocatalisadores de TiO₂.

5. CONCLUSÕES

Os resultados indicaram que é possível melhorar as características do TiO₂ ajustando o pH do meio reacional, sem necessidade de posterior tratamento térmico (calcinação). Observou-se que as amostras tratadas em meio ácido obtiveram melhor desempenho na fotodegradação do alaranjado de metila.

6. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o suporte do CNPq, da ANP e da UFRGS.