

Raíssa G. Becker¹, Tania M. H. Costa¹
¹LSS – Laboratório de sólidos e superfícies, UFRGS, RS
raissabecker@hotmail.com

INTRODUÇÃO

Matrizes de TiO₂ na forma de anatásio são utilizadas como fotocatalisadores devido sua considerável capacidade de absorção de radiação ultravioleta, assim sendo utilizadas na degradação de corantes e contaminantes. Matrizes de anatásio apresentam baixa área superficial (≈ 45 m²g⁻¹). A calcinação de nanotubos de titânio (NTTiO₂) conduz à obtenção de materiais com área superior a 100 m²g⁻¹. A inserção de nanopartículas de ouro (AuNP) em matrizes de anatásio pode ampliar a eficiência fotocatalítica do material. Nanopartículas de ouro (AuNP) estabilizadas por silsesquioxanos iônicos podem ser adicionadas à matrizes de TiO₂ pois este agente estabilizante pode formar ligações covalentes em matrizes inorgânicas. Neste contexto foram obtidas matrizes de anatásio e NTTiO₂ impregnados com AuNP estabilizadas com silsesquioxano iônico contendo o grupo catiônico 1,4-diazoniabicyclo[2,2,2]octano.

EXPERIMENTAL

Os NTTiO₂ foram obtidos pelo método hidrotérmico, utilizando como precursor P25 Evonik. As amostras foram sintetizadas a partir da adição de uma dispersão aquosa de AuNP em três diferentes momentos da síntese: A) antes da formação dos NTTiO₂; B) após a formação dos NTTiO₂; C) antes e após a formação dos NTTiO₂, desta forma foram obtidas as amostras Au1, Au2 e Au3. As matrizes Au1, Au2 e Au3 foram submetidas ao processo de calcinação sob a temperatura de resultando nas amostras Au1C, Au2C e Au3C, respectivamente. As amostras branco, que não continham AuNP, foram denominadas B1 (NTTiO₂) e B2 (NTTiO₂-calcinado). As amostras foram caracterizadas por Espectroscopia no Ultravioleta-Visível, Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM), Difração de Raios X (XRD) e isotermas de adsorção e dessorção de N₂.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

As amostras contendo AuNP apresentam bandas únicas de absorção com máximos próximos a 540 nm, indicando a presença de AuNP esféricas como indicado na Fig. 1.

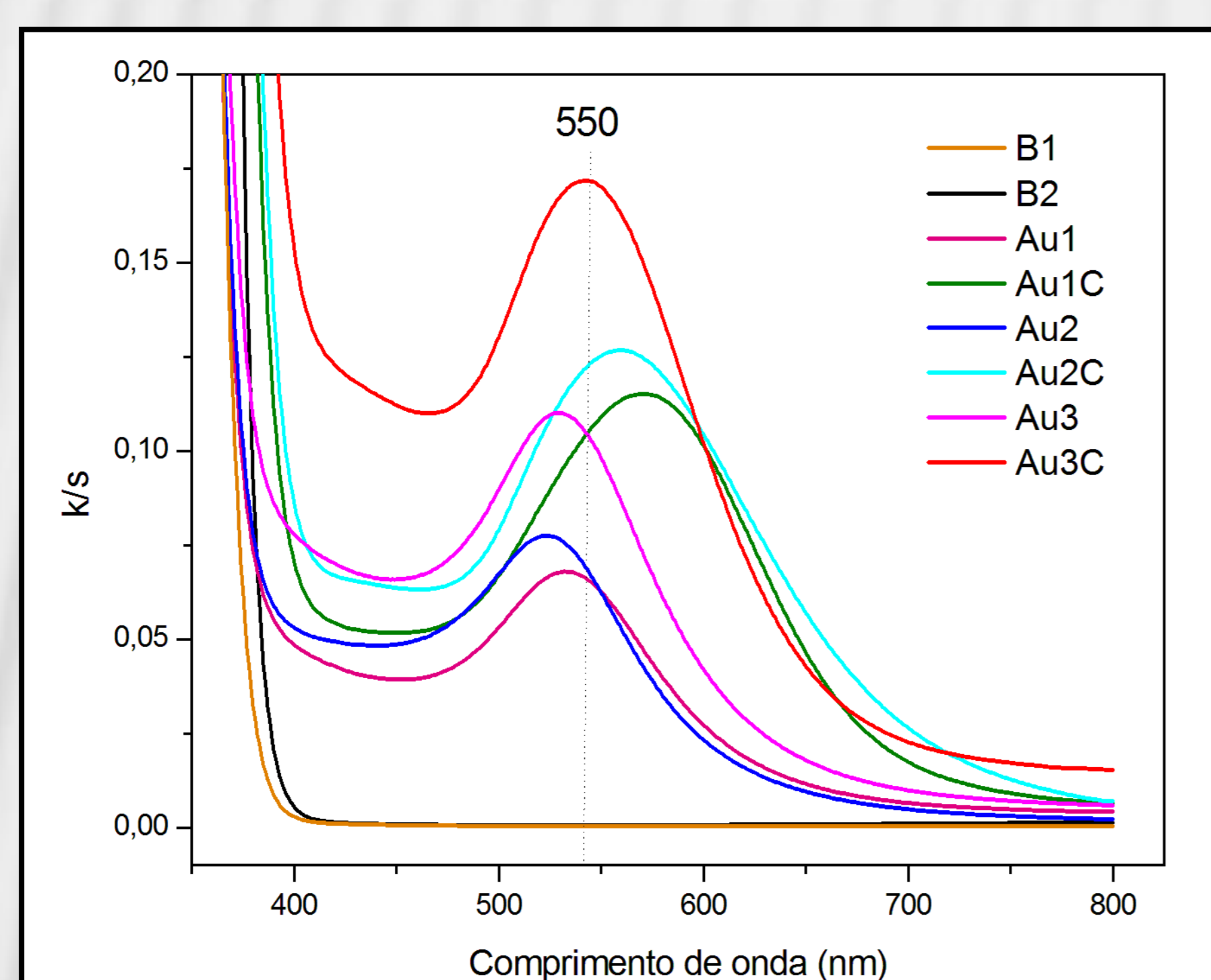


Figura 1. Espectro na região do UV-Vis das amostras contendo AuNPs.

Na Fig. 2 observa-se que os difratogramas das amostras não calcinadas apresentam picos característicos de trititanatos.

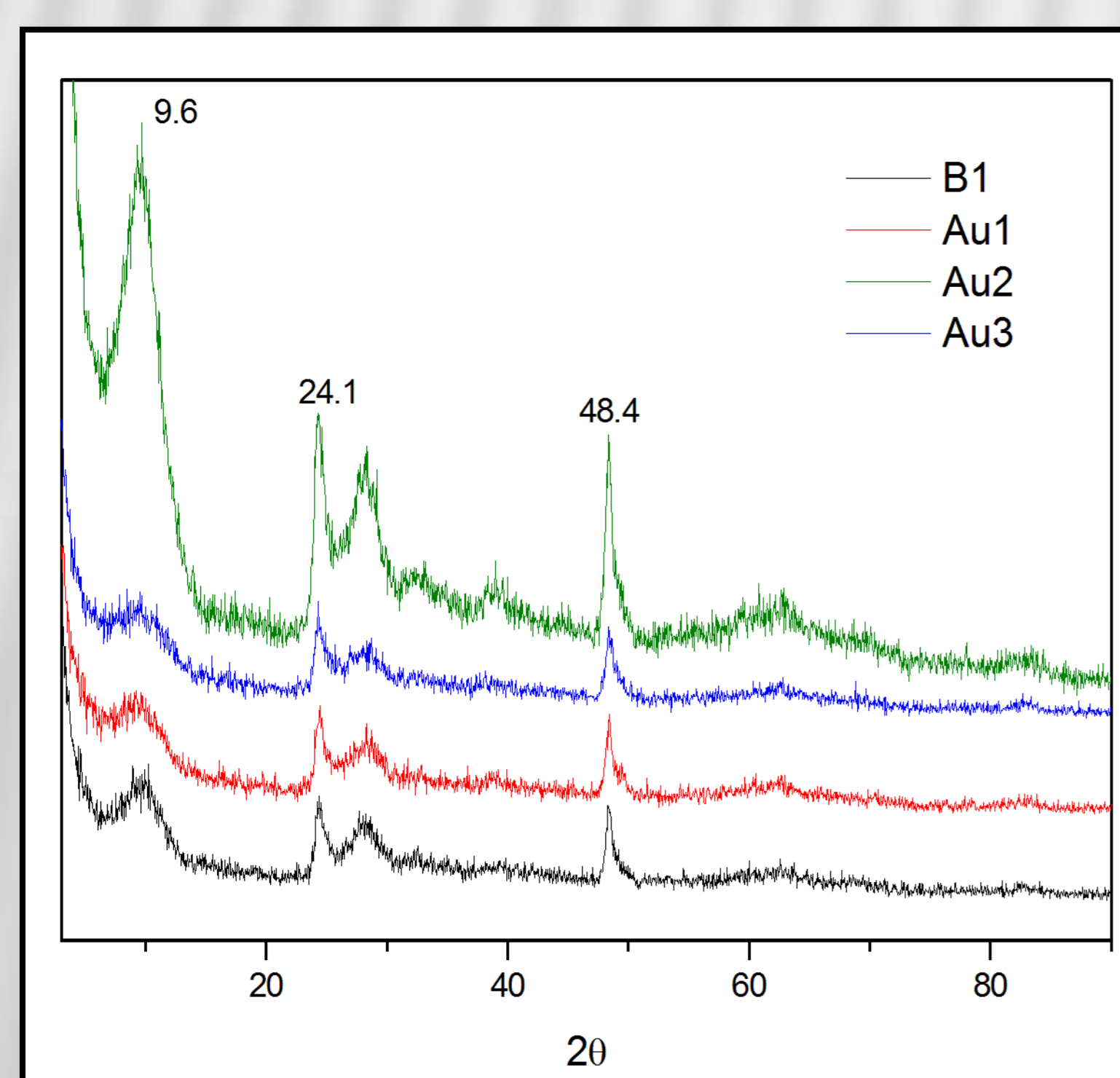


Figura 2. Difratograma dos materiais não calcinados.

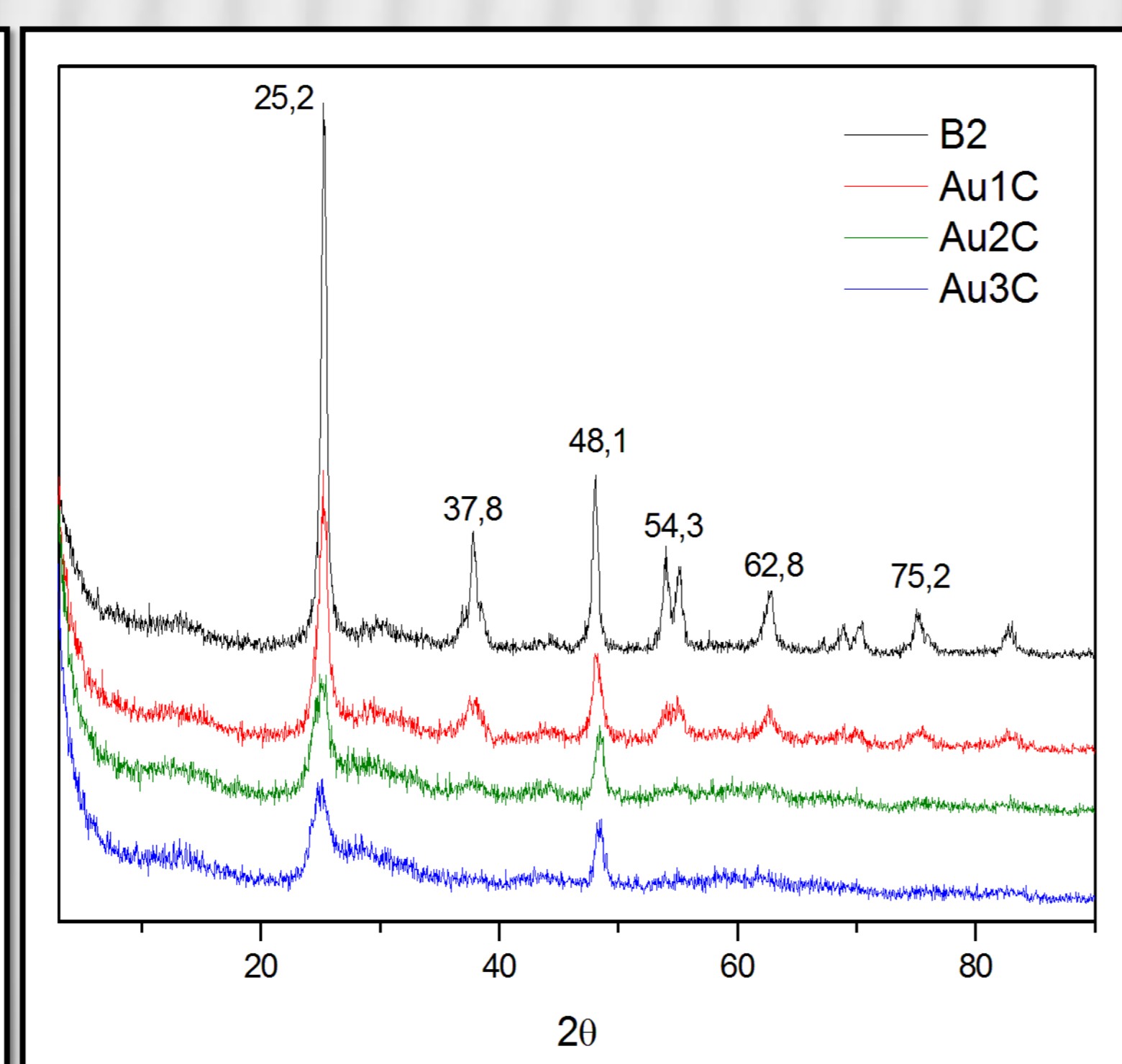


Figura 3. Difratograma das amostras calcinadas.

Os difratogramas dos materiais calcinados apresentados na Fig. 3, mostram que todas as matrizes apresentam perfil característico de anatásio, no entanto as amostras Au2C e Au3C possuem menor cristalinidade.

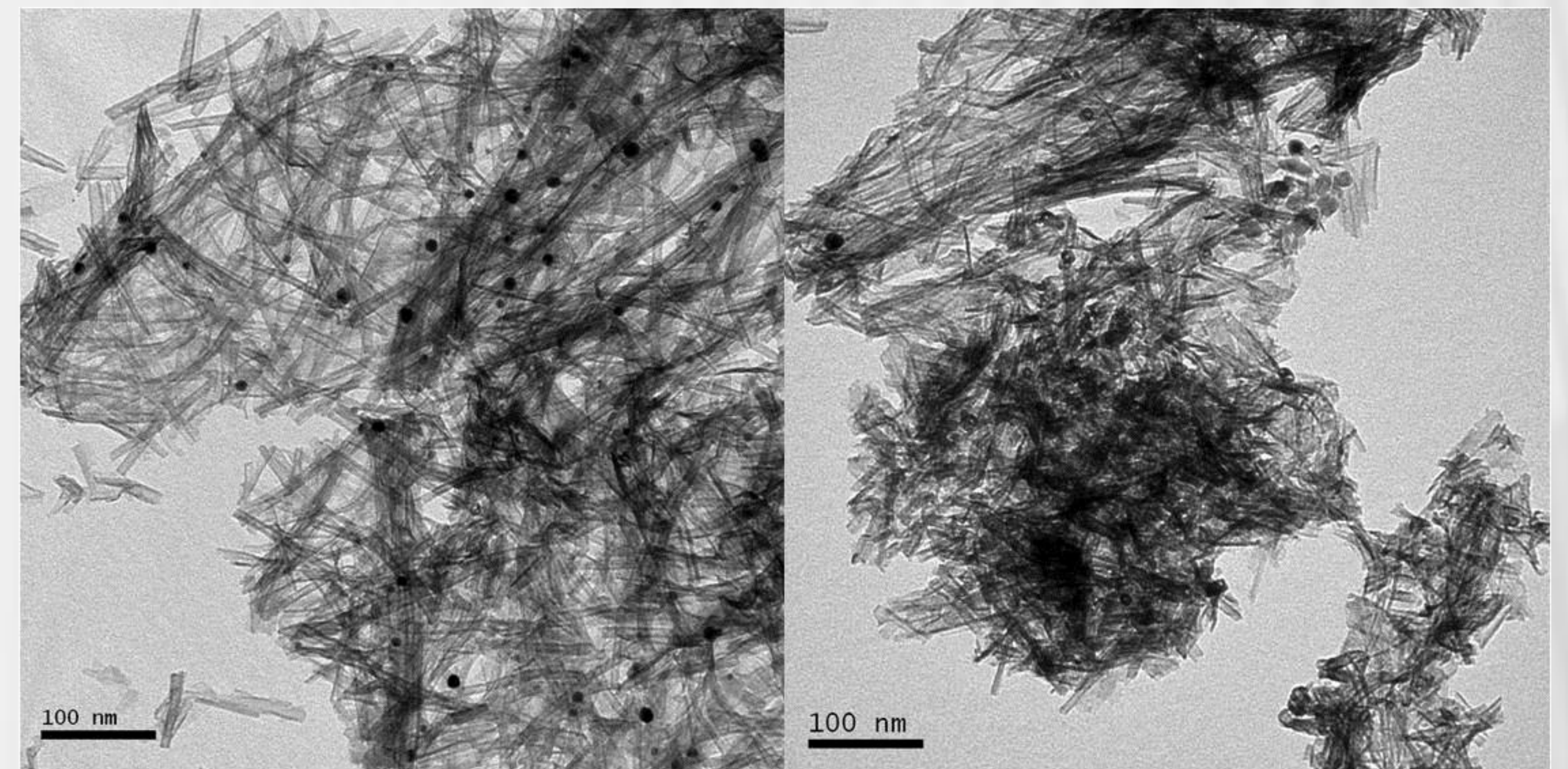


Figura 4. Imagens de TEM das amostras Au3 e Au3C.

Na Fig. 4, as imagens de TEM corroboram com os resultados de XRD e espectroscopia na região do UV-Vis. É possível observar a presença de NTTiO₂ remanescentes nas amostras calcinadas Au1C, Au2C e Au3C. Na Figura 4 é observada a presença de nanopartículas de Au esféricas dispersas, mesmo na amostra calcinada.

Na Fig. 5 são apresentadas a distribuição de mesoporos das amostras Au3 e Au3C, asquais possuem perfis similares.

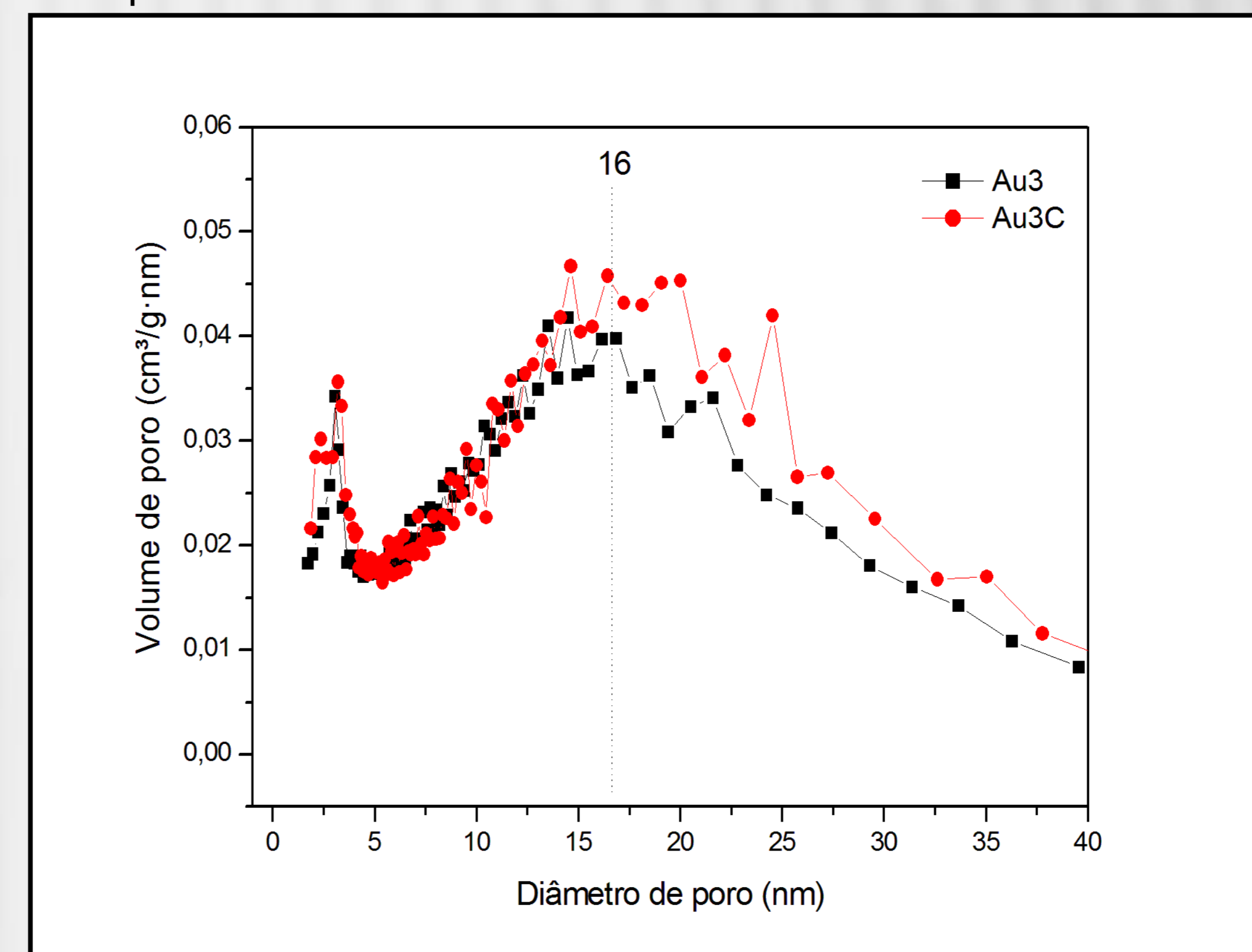


Figura 5. Distribuição do diâmetro de mesoporos das amostras Au3 e Au3C.

As isotermas de adsorção e dessorção de N₂ mostram que todas as amostras são mesoporosas. As amostras B1, Au1, Au2 e Au3 apresentam diâmetro médio de poros igual a 15 nm. Enquanto as amostras B2, Au1C, Au2C e Au3C possuem diâmetro médio de poros variável entre 17 e 37 nm.

Amostra	Área Superficial (m ² g ⁻¹)	Volume de poro/mesoporo (cm ³ g ⁻¹)
Au3	320	1,05
Au3C	314	1,20

As áreas superficiais das amostras B1, Au1, Au2 e Au3 são: 350, 379, 315 e 320 m²g⁻¹, respectivamente. As matrizes B2, Au1C, Au2C e Au3C apresentaram as seguintes áreas superficiais: 108, 216, 285 e 314 m²g⁻¹, respectivamente.

Os resultados mostram que a inserção de AuNP nos NTTiO₂ dificulta a cristalização do TiO₂ e conseqüentemente evita a diminuição da área superficial do material que nos outros casos é menor após a calcinação.

Agradecimentos