

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

**Rede de Nanotecnologia Aplicada ao Agronegócio  
Anais do V Workshop 2009**

**Odílio Benedito Garrido de Assis  
Wilson Tadeu Lopes da Silva  
Luiz Henrique Capparelli Mattoso  
Editores**

**Embrapa Instrumentação Agropecuária  
São Carlos, SP  
2009**

**Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:**

**Embrapa Instrumentação Agropecuária**

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

**Comitê de Publicações da Unidade**

Presidente: Dr. Luiz Henrique Capparelli Mattoso  
Membros: Dra. Débora Marcondes Bastos Pereira Milori,  
Dr. João de Mendonça Naime,  
Dr. Washington Luiz de Barros Melo  
Valéria de Fátima Cardoso  
Membro Suplente: Dr. Paulo Sérgio de Paula Herrmann Junior

Supervisor editorial: Dr. Victor Bertucci Neto  
Normalização bibliográfica: Valéria de Fátima Cardoso  
Capa: Manoela Campos e Valentim Monzane  
Imagem da Capa: Imagem de AFM de nanofibra de celulose - Rubens Bernardes Filho  
Editoração eletrônica: Manoela Campos e Valentim Monzane

**1ª edição**

1ª impressão (2009): tiragem 200

**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 Agropecuária**

---

Anais do V Workshop da rede de nanotecnologia aplicada ao  
agronegócio 2009 - São Carlos: Embrapa Instrumentação  
Agropecuária, 2009.

Irregular  
ISSN: 2175-8395

I. Nanotecnologia - Evento. I. Assis, Odílio Benedito Garrido de.  
II. Silva, Wilson Tadeu Lopes da. III. Mattoso, Luiz Henrique  
Capparelli. IV. Embrapa Instrumentação Agropecuária

---

© Embrapa 2009

## NANOCRISTAIS DE $\text{TiO}_2$ : ASPECTOS MORFOLÓGICOS E FOTOCATÁLISE

Vagner Romito de Mendonça<sup>1,2\*</sup>, Caue Ribeiro<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Depto. de Química - UFSCar, 13560-905, São Carlos/SP

<sup>2</sup>Laboratório Nacional de Nanotecnologia para o Agronegócio, Embrapa Instrumentação Agropecuária, 13560-970, São Carlos/SP; \*vagneromito@yahoo.com.br

Projeto Componente: PC4

Plano de Ação: 01.05.1.01.04.04

### Resumo

Nanocristais de  $\text{TiO}_2$  foram sintetizados pelo método da decomposição do peroxo-complexo. Este método se mostrou viável para obtenção de nanocristais em diferentes morfologias sem a modificação de fase, apenas pelo controle do pH do meio. Os testes fotocatalíticos sobre a molécula teste Rodamina B evidenciam a influência da morfologia na efetividade do material, uma vez que não há correlação direta entre área superficial e atividade fotocatalítica.

**Palavras-chave:**  $\text{TiO}_2$ , Rodamina B, Fotocatálise.

### Introdução

Nanocristais de semicondutores têm sido largamente utilizados em fotocatalise devido sua elevada área superficial específica. É consenso que o melhor dentre estes é o  $\text{TiO}_2$  na forma anatase.<sup>1</sup> Até o momento, estudos relacionados a este material enfocam somente o controle da fase cristalina, presença de dopantes e percentuais de uso do material na efetividade do processo, negligenciando importantes fatores como a anisotropia do cristal.<sup>2</sup> Deste cenário, este trabalho tem como objetivo estudar a influência de parâmetros morfológicos na atividade fotocatalítica de nanocristais de  $\text{TiO}_2$  anatase, através de estudos de fotodegradação do corante Rodamina B (Rod. B) sob radiação ultravioleta.

### Materiais e métodos

O processo de síntese se deu via degradação do complexo peroxotitânico  $\{[\text{Ti}(\text{OH})_3\text{O}_2]^{-}\}$ , preparado pela dissolução de Ti metálico em solução de  $\text{H}_2\text{O}_2$  e  $\text{NH}_4\text{OH}$  (soluções comerciais misturadas na proporção 3:1). A degradação foi conduzida em

célula hidrotermal operando a  $200^\circ\text{C}$  por 2,0h, em diferentes condições de pH<sup>3</sup>. Os testes fotocatalíticos foram efetuados com a adição do material em solução de Rodamina B, tendo o sistema ficado sob radiação UV. Em determinados períodos de tempo, a concentração do contaminante foi medida no tempo através do pico de absorção máxima do composto no espectro UV-vís para controle da cinética de degradação.

### Resultados e discussão

As três amostras obtidas estão na forma anatase (DRX não mostrados aqui). A Figura 1 mostra as imagens de MEV para as amostras de  $\text{TiO}_2$  obtidas em diferentes valores de pH.



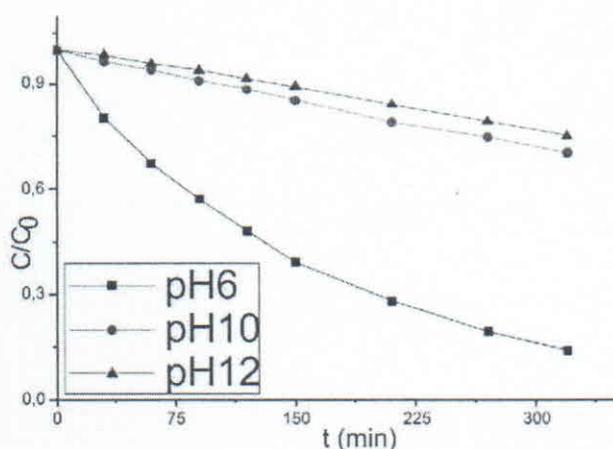
Fig. 1. MEV: a) pH 6; b) pH 10; c) pH 12

Na Tabela 1 encontram-se os valores de área superficial específica, obtidos por adsorção de  $N_2$  a 77K, utilizando-se isoterma de BET.

**Tabela 1.** Área superficial específicas das amostras sintetizadas.

Amostra	pH=6	pH=10	pH=12
A.S.(m <sup>2</sup> g <sup>-1</sup> )	68,4	32,4	66,9

Após tratamento e lavagem dos pós de  $TiO_2$  obtidos, fez-se os testes fotocatalíticos com 20 mL de solução de Rod. B 5,0 mg.L<sup>-1</sup>, utilizando-se 3,5 mg de  $TiO_2$ . Os resultados são mostrados na Figura 2.



**Fig. 2.** Curva de degradação da Rod B. com diferentes fotocatalisadores.

A amostra obtida em pH=6, que apresentou morfologia esférica e maior área superficial específica, apresentou também maior fotoatividade. A amostra obtida em pH=10 possui a forma de bastonetes, devido a coalescência de partículas esféricas, e devido sua menor área superficial, apresentou menor atividade fotocatalítica. A amostra obtida em pH=12 mostrou forma de agulhas com elevada área superficial, provavelmente devido á dissolução e reprecipitação da amostra, porém apresentou baixa atividade fotocatalítica.

## Conclusões

Os resultados mostram a forte influência da morfologia na atividade do fotocatalisador, uma vez que a mudança de formas esféricas para outras na forma de agulha diminui drasticamente a atividade do material. Isto se deve a diferenças na superfície do material provenientes do ambiente de síntese, bem como diferença na cristalinidade do material, fator importante em fotocatalise por atuar no tempo de vida das cargas fotogeradas. A amostra obtida em pH 12 possui uma grande quantidade de defeitos atuando como centro de recombinação. De fato, para

a síntese em pH 14 há completa deformação da estrutura cristalina e a formação de uma nova fase, os titanatos de hidrogênio.

## Agradecimentos

FAPESP, EMBRAPA, FINEP/MCT, CNPq.

## Referências

- HOFFMANN, M. R.; MARTIN, S. T.; CHOI, W.; BAHNEMANN, D. W. Environmental applications of semiconductor catalysis. *Chem. Rev.*, Washington, v. 95, p. 69-96, 1995.
- CHOU, T.; ZHANG, Q.; RUSSO, B.; FRYXELL, G.; CAO, G. Titania Particle Size Effect on the Overall Performance of Dye-Sensitized Solar Cell. *J. Phys. Chem.C*, Washington, v. 111, n. 17, p. 6296-6302, 2007.
- RIBEIRO, C.; BARRADO, C. M.; CAMARGO, E. R.; LONGO, E.; LEITE, E. R.; Phase transformation in titania nanocrystals by the oriented attachment mechanism: the role of the pH value. *Chemistry*, Weinheim, v. 15, n. 9, p. 2217-2222, 2009.