



TÍTULO

Síntese sol-gel para produção de filmes finos nanoestruturados

AUTORES

Haroldo Gregório de Oliveira
Natany Baretta
Renata Gulin dos Santos

RESUMO

Síntese Sol-Gel de TiO_2 foi desenvolvida utilizando suspensões de tetraisopropóxido de titânio+ácido cítrico aquoso+etilenoglicol ou tetraisopropóxido de titânio+álcool isopropílico+ácido clorídrico, espalhadas sobre vidro-ITO (*Doctor-Blade*) e calcinadas a 400°C . Os filmes apresentaram boa aderência a superfície do vidro-ITO, $E_{bg} \sim 3,4$ eV (espectrofotometria UV-Vis), trabalho de adesão de 0,14 J (ângulo de contato) e fopotencial de 30-40 mV (escuro e sob radiação 400 W em $\text{Na}_2\text{O}_4(\text{aq})$ 0,1 M), resultados preliminares mas satisfatórios para fotocatalise.

PALAVRAS-CHAVE

síntese Sol-Gel; TiO_2 ; propriedades fotocatalíticas

GRANDE ÁREA

CIÊNCIAS EXATAS E DA TERRA (10000003)

ÁREA

QUÍMICA (10600000)

INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

O desenvolvimento de novos materiais tem atraído a atenção das pesquisas em Ciência dos Materiais, devido ao importante papel desempenhado em diversas aplicações na

sociedade contemporânea ((Airoldi & Farias, 2004). Novos materiais inorgânicos podem ser preparados por diferentes métodos, como a técnica Sol-Gel, deposição térmica de tetracloreto de metal, spray pyrolysis, deposição física por vapor e deposição química por vapor (Yang et al., 2006). Dentre estes métodos, destaca-se a síntese Sol-Gel pela sua simplicidade e versatilidade, permitindo a introdução de compostos químicos orgânicos e/ou inorgânicos no material final. A modificação da superfície de substratos através de materiais proveniente da síntese Sol-Gel é muito bem-sucedida e tem alta demanda na produção de novos materiais. O objetivo principal do projeto visa a preparação de filmes de óxido semicondutor TiO₂ a partir da síntese Sol-Gel e caracterizar suas propriedades ópticas, estruturais e eletroquímicas.

METODOLOGIA

O substrato vidro-ITO foi higienizado com água e sabão em banho ultrassônico por 5 min e posteriormente com álcool isopropílico. Suspensão (Amostra 1) foi preparada com 500 mL de água deionizada a 70°C + 39,7 g de ácido cítrico + 18,8 mL de isopropóxido de titânio + 24 mL de etilenoglicol. A Amostra 2 foi preparada similarmente a Amostra 1, acrescentado ácido cítrico, 10 g. A Amostra 3 foi preparada com reagentes: 1,2mL de isopropóxido de titânio + 30mL de álcool isopropílico + 0,4mL de ácido clorídrico. Suspensões foram homogeneizadas (30 min. 90°C). Posteriormente, suspensões da Amostra 1 e 2 foram espalhadas sobre o vidro-ITO e calcinadas a 400°C por 1:30 h. Diferentes deposições com a Amostra 3 foram realizadas para melhorar a adesão dos filmes de TiO₂ sobre o vidro-ITO: (a) tratamento térmico do vidro ITO a 100°C por 45 min. seguido de uma deposição de suspensão em diferentes camadas (1, 3 e 6) (b) e deposição de 25µL e 50µL. As suspensões foram submetidas ao tratamento térmico a 400°C por 1:30 h. Os E_{bg} dos filmes de TiO₂ foram avaliadas utilizando espectrofotômetro Bel SPECTRO LGS53, de 300-800 nm. O ângulo de contato foi estimado para os filmes (Amostra 3) utilizando método da molhabilidade. Alíquota de 20 µL de água deionizada foi depositada sobre a superfície do filme de TiO₂ utilizando uma micropipeta; iluminou-se com projetor de slides distante 2 m da amostra. A imagem projetada na parede permitiu a determinação do ângulo tangencial a imagem. O ângulo de contato obtido foi aplicado na equação de Young-Dupré para determinação do trabalho de adesão da gota à superfície (W_{SL}). O fotopotencial foi determinado em um circuito (amostra+barra de ferro+solução 0,1 molL⁻¹ Na₂O₄(aq) +multímetro) no escuro e sob radiação policromática (lâmpada Hg-400 W).

RESULTADOS

A E_{bg} dos filmes de TiO₂ das Amostras calcinadas foi estimada através dos espectros de absorção de UV-Vis utilizando a extrapolação da curva de absorbância em função do comprimento de onda. A intersecção da curva com o eixo x indica o comprimento de onda da borda de absorção do material (λ), transformado em energia a partir da equação E_{bg}(eV) = (.) × (/)/λ (), com h (constante de Planck) de 4,14x10⁻¹⁵ eV.s, c (velocidade da luz) igual a 3x10⁸ m.s⁻¹. Os valores encontrados estão na tabela seguinte. A E_{bg} obtida para o vidro FTO foi aproximadamente 3,9 eV, enquanto as amostras 1 e 2 apresentaram E_{bg} ao redor de 3,3 eV. Somente a amostra 3 apresentou um E_{bg} de 3,3 eV, o mais próximo da Literatura. A obtenção do ângulo de contato foi realizado apenas com a Amostra 3. Esta análise permitiu a determinação do trabalho de adesão da gota à superfície utilizando a equação de Young-Dupré (W_{SL} = γLG (1 + cosθ)), considerando γLG igual a 0,072 N.m⁻¹. De modo geral o trabalho de adesão

aumenta conforme aumenta as camadas; de 1 a 6 camadas, 128 mJ e 143 mJ, respectivamente. Para comparação, o vidro ITO apresentou 100 mJ. A diferença de potencial obtida para a célula eletroquímica (eletrodo de TiO_2 + eletrodo de Fe em solução aquosa de Na_2SO_4 0,1 molL⁻¹), ou seja o fotopotencial foi 30 mV.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Visualmente, os filmes obtidos pela síntese Sol-Gel apresentam aparência translúcida e boa aderência a superfície, que foi melhorada com a deposição da Amostra 3. A Ebg de todas amostras apresentaram valores inferiores ao apresentado pelo vidro-ITO, sendo os valores mais próximo da literatura (3,2 eV) os obtidos com os procedimentos adotados na Amostra 3 (especificamente na deposição de 50 μ L). Com relação ao parâmetro de molhabilidade, observou-se que as amostras apresentam aumento da sua hidrofiliidade conforme o aumento do número de camadas depositadas comparadas ao vidro-ITO. O fotopotencial obtido foi 30 mV, indicando fotoatividade do filme depositado sobre o substrato vidro-ITO. Os resultados obtidos indicam possível utilização dos filmes de TiO_2 em fotocatalise heterogênea.

LINK DO VÍDEO

<https://drive.google.com/file/d/1NFzv-nEfYQO3pUuOXsZOSS8on7xlg1mD/view>

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Airoidi, C.; Farias, R. F.; “Alcóxidos como precursores na síntese de novos materiais através do processo sol-gel”. Química Nova, Vol. 27, No. 1, 2004, 84-88.

Yang, S.; Liu, Y.; Sun, C.; “Preparation of anatase TiO_2 /Ti nanotube-like electrodes and their high photoelectrocatalytic activity for the degradation of PCP in aqueous solution”. Applied Catalysis A: General, 301 (2006) 284-291.

AGRADECIMENTOS

A equipe do projeto agradece ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Santa Catarina – IFSC, pelo apoio recebido, viabilizando a execução das atividades do projeto de pesquisa.