

## OBTENÇÃO DE SÓLIDOS LAMELARES PILARIZADOS

**SOUSA**, Brumell Willian<sup>1</sup>; **NUNES**, Liliane Magalhães<sup>2</sup>

Palavras-chave: Lamelares, pilarização, TEOS.

### 1. INTRODUÇÃO (justificativa e objetivos)

Uma variedade de materiais pode ser classificada como lamelares, em razão de sua estrutura, entre eles podemos citar: as argilas, fosfatos, silicatos lamelares, niobatos, titanoniobatos, hidróxidos duplos lamelares e titanatos. Os titanatos lamelares de sódio e potássio podem ser obtidos por diferentes metodologias, a mais utilizada é a reação no estado sólido, ou pelo método do precursor polimérico desenvolvido por Pechini. A intercalação de moléculas orgânicas nesses compostos proporciona a expansão das lamelas, que por sua vez permite a inserção de íons ou moléculas ainda maiores, com o propósito de formar pilares no espaço interlamelar. Esse novo campo de estudo, a pilarização, que tem como foco principal aumentar cada vez mais a área superficial dos titanatos, para uma eventual aplicação em catálises. A pilarização em sólidos lamelares é possível pela intercalação de substâncias que quando submetidas a aquecimento superior a 300 °C, perdem seus grupamentos orgânicos deixando apenas os grupos que resistem às altas temperaturas, formando assim no espaço interlamelar os pilares, que elevam bastante a área superficial dos titanatos. O TEOS está entre os reagentes mais utilizados na pilarização dos titanatos, resultando pilares de sílica, que são tão resistentes a altas temperaturas como a matriz e aumentam significativamente sua área superficial.

### 2. METODOLOGIA

#### 2.1 – Obtenção do titanato e matriz ácida.

O titanato de potássio ( $K_2Ti_4O_9$ ) foi preparado pelo método do estado sólido, utilizando quantidades estequiométricas do óxido de titânio e o carbonato de potássio aquecido a 800°C por 40 horas. A matriz ácida ( $H_2Ti_4O_9$ ) foi obtida pela troca iônica do íon potássio da matriz alcalina pelo íon hidrogênio do ácido clorídrico.<sup>1</sup>

#### 2.2 – Intercalação do agente precursor – Hexamina.

Após a obtenção e caracterização da matriz ácida, foi realizada a reação de intercalação com a hexamina. Para observar a influência do agente precursor no processo de pilarização, o agente precursor foi usado em duas concentrações, 0,15 mol L<sup>-1</sup> e 0,3 mol L<sup>-1</sup> ambos na razão de 125mL por grama da matriz ácida, sob agitação constante em temperatura de 60° C por 10 dias.

#### 2.3 – Pilarização com TEOS.

Logo depois da inserção do agente precursor, hexamina, foi feita a intercalação com TEOS, usando quantidades diferentes, 25mL e 50mL de TEOS por grama do sólido, sob agitação constante em temperatura de 60° C por três dias. O material foi lavado com álcool e seco a temperatura de 40° C.

#### 2.4 – Caracterização das amostras.

Foram necessários os seguintes aparelhos: para difração de raios X, um difratômetro modelo Shimadzu XDR 6000 na faixa de  $2\theta = 3 - 50^\circ$ , com passo de 0,02° e tempo de passo de 2,0s, utilizando como fonte de radiação o Cu K $\alpha$  ( $\lambda=1,54056$ ) 40 kV e 30 mA. Os difratogramas foram úteis na determinação da fase cristalina de cada material. Os espectros de absorção na região do infravermelho foram realizados utilizando um espectrofotômetro Bomem, modelo MB100, em pastilhas de KBr na região de 4000 a 400 cm<sup>-1</sup>. Esta técnica foi utilizada para caracterização dos grupos químicos presentes nos materiais. A avaliação das variações ocorridas nas medidas de área superficial e distribuição de poros foram realizadas por meio de adsorção de nitrogênio, utilizando um aparelho Micromeritics ASAP 2010.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 – Síntese do tetratitanato de potássio $K_2Ti_4O_9$ e da matriz ácida $H_2Ti_4O_9$ .

Os resultados de difração de raios X referentes a matriz  $K_2Ti_4O_9$ , mostram um conjunto de picos característicos da formação da fase desejada, o pico em  $2\theta = 10,21^\circ$  referente à distância interlamelar de 8,65 Å, caracterizando a formação da estrutura lamelar, conforme JCPDS 32-0861.<sup>2</sup>

#### 3.2 – Intercalação da hexamina na matriz ácida.

O difratograma de raios X da matriz intercalada com a hexamina, cuja distância interlamelar era de 8,9 Å, após a intercalação de hexamina 0,15 mol L<sup>-1</sup> e 0,3 mol L<sup>-1</sup> apresenta um aumento líquido de 11,8 Å.

#### 3.3 – Inserção do TEOS e calcinação.

A pilarização geralmente é empregada com o objetivo de causar um aumento da área superficial dos materiais, tal qual, como os titanatos que são sólidos que possuem baixa área. De modo geral houve aumento da área superficial dos sólidos com o processo de pilarização nas amostras que foram intercaladas com hexamina 0,15 mol L<sup>-1</sup>.

### 4. CONCLUSÃO

A pilarização de sílica no  $H_2Ti_4O_9$ , tendo o TEOS como agente pilarizante, ocasiona uma relativa alteração na área superficial do sólido, os resultados obtidos mostram que a quantidade do precursor presente no sólido é um fator determinante no processo de formação de pilares na região interlamelar.

### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1- Choy J. H., Han Y. S., Park N. G., Kim H., Synthetic Metals, 71 (1995) 2053
- 2 - Yang, Juan. Preparation of ultrafine layered tetratitanate powders using nanoscale  $TiO_2$  as reactant and their intercalation property. JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE **40** (2005) 3765 – 3769.

FONTE DE FINANCIAMENTO – CNPq/PIBIC

---

<sup>1</sup> Bolsista de iniciação científica. Instituto de Química, [cunclers@gmail.com](mailto:cunclers@gmail.com)

<sup>2</sup> Orientador/Instituto de Química/UFG, [liliane@quimica.ufg.br](mailto:liliane@quimica.ufg.br)