

OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE OBTENÇÃO DO TITANATO PILARIZADO

FURQUIM, Gabriel Aparecido¹; NUNES, Liliane Magalhães².

Palavras-chave: Titanato, Lamelar, Pilarização, Planejamento Fatorial.

1. INTRODUÇÃO (justificativa e objetivos)

Compostos inorgânicos lamelares à base de titânio vêm sendo estudados devido às suas propriedades químicas e termodinâmicas, principalmente por realizarem trocas iônicas de grupos ácidos na superfície e por realizarem o processo de intercalação (CLEARFIELD, 1982). Além disso, estes titanatos estão sendo amplamente usados explorando-se suas propriedades térmicas e catalíticas (WANG, 2004) (GUO, 2003). Na síntese dos titanatos pilarizados, existem três principais etapas que influenciam diretamente no produto final, sendo a primeira a intercalação de hexilamina na estrutura, para aumentar as dimensões da lamela permitindo a entrada de moléculas maiores, a segunda, a intercalação com TEOS (tetraetilortossilicato) e por último a calcinação do sólido a elevadas temperaturas, eliminando a matéria orgânica (proveniente das moléculas de TEOS), restando apenas os pilares de sílica (SiO₂), obtendo-se um material poroso e com grande área superficial. Este trabalho avaliou esses três fatores em dois níveis, tendo-se como matriz o tetratitanato de potássio, determinando-se qual a melhor combinação e qual a influência de cada fator nas respostas esperadas (área superficial e distribuição de poros).

2. METODOLOGIA

2.1 – Síntese do tetratitanato de Potássio (K₂Ti₄O₉):

O tetratitanato de potássio foi obtido pela reação no estado sólido com quantidades estequiométricas do óxido de titânio (TiO₂) e carbonato de potássio (K₂CO₃), misturadas e aquecidas à temperatura de 800 °C por 20h. Após esse tempo, o sólido foi triturado e homogeneizado, sendo submetido à mesma temperatura por mais 20 horas (GUO, X. *et al*, 2003) (WANG, X. *et al*, 2004).

2.2 – Síntese da Matriz Ácida (H₂Ti₄O₉):

O tetratitanato de potássio permite a troca iônica entre os íons metálicos (K⁺) (presentes nas lamelas) e o íon hidrogênio proveniente do HCl (NUNES, L. M. *et al*, 2001). Nesse procedimento, 1,0 g da matriz alcalina foi colocado em contato com 20,0 cm³ de uma solução 3,0 mol dm⁻³ de ácido clorídrico, sob agitação constante e à temperatura de 60 °C por 3 dias. O produto foi separado por centrifugação, lavado com água destilada até pH entre 5,0 e 6,0, e seco em estufa a 40 °C.

2.3 – Planejamento dos Experimentos:

Para a realização da otimização do experimento fez-se a elaboração de um planejamento fatorial, organizando as possíveis combinações entre os diferentes fatores a serem testados. Os fatores testados são a concentração de hexamina, quantidade de TEOS (tetraetoxissilano) e a temperatura de calcinação do material pilarizado. Os parâmetros para variações foram baseados nos valores descritos na literatura. Cada uma das variáveis foi analisada em dois níveis, o que resultou em um planejamento fatorial do tipo 2³, totalizando oito experimentos (NETO, B. B. *et al*, 1995), como mostrado na Tabela 01.

Tabela 1 – Planejamento Fatorial dos Experimentos.

Exp.	Concentração de Hexamina/mol.dm ⁻³	Volume de TEOS/mL	Temperatura de Calcinação/°C
01	0,20	25	600
02	0,20	25	500
03	0,20	15	600
04	0,20	15	500
05	0,15	25	600
06	0,15	25	500
07	0,15	15	600
08	0,15	15	500

2.4 – Intercalação com Hexilamina

O processo de intercalação consistiu (NUNES *et. al.*, 2000) em se misturar 5g de material sólido com 625 cm³ de uma solução etanólica de hexilamina 0,15 mol.dm⁻³, e mais 5 g com outros 625 cm³ de uma solução com o mesmo soluto e solvente mas de concentração 0,20 mol.dm⁻³. Essas misturas foram colocadas em balões de fundo redondo e permaneceram sob agitação constante, a 60 °C, por 12 dias. Os sólidos resultantes foram centrifugados e secos em estufa a 45 °C.

2.5 – Intercalação do Sólido com TEOS:

O agente pilarizante usado foi o tetraetilortossilicato (TEOS). O processo consistiu em uma suspensão do sólido no agente, sob agitação constante por 3 dias e à uma temperatura de 60 °C. Os produtos foram centrifugados e secos em estufa por 48 h a 45 °C.

2.6 – Pilarização do Sólido com TEOS:

Os sólidos intercalados com TEOS foram calcinados a 500°C e 600°C. A calcinação garante a eliminação da matéria orgânica que se apresenta na estrutura do TEOS, só restando a presença de pilares de SiO₂ no interior das lamelas.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO:

3.1 – Caracterização por Difratometria de Raios-X:

Na Figura 01 constam os difratogramas para as oito amostras presentes na Tabela 01.

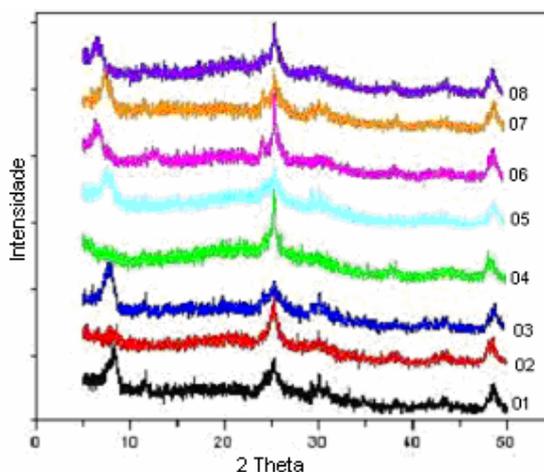


Figura 01 – Difratogramas das Amostras Obtidas.

De acordo com a Figura 01, as amostras que mais se destacaram no quesito distância interlamelar foram as de número 02 e 03, ambas com 13,4 Å.

FURQUIM, G. A., NUNES, L. M. Otimização do Processo de Obtenção do Titanato Pilarizado. In: III CONGRESSO DE PESQUISA, ENSINO E EXTENSÃO DA UFG – III CONPEEX, 2006, Goiânia. **Anais eletrônicos do XIV Seminário de Iniciação Científica** [CD-ROM], Goiânia: UFG, 2006.

3.2 – Determinação de Área Superficial:

Realizou-se a medida de área superficial obtendo-se resultados mais significativos para as amostras 04, 06, e 01, sendo estes valores 211,4448; 190,2578 e 167,4132 m².g⁻¹, respectivamente.

3.3 – Análise Fatorial das Áreas Superficiais:

Com os resultados obtidos para as áreas superficiais, realizou-se uma análise fatorial para avaliar quais foram as melhores combinações e a significância de cada um dos fatores na formação de um produto com grande área superficial. Sendo assim, tem-se:

- O fator que mais contribuiu para formação de uma boa estrutura foi o TEOS;
- O aumento da quantidade de TEOS e da temperatura de calcinação melhoraram a estrutura;
- O aumento de todos os fatores também auxilia na formação de uma boa estrutura.

4 – Conclusão:

Após análise dos resultados obtidos, pode-se afirmar que a variável mais importante na síntese de titanatos com grande área superficial é a quantidade de tetraetilortossilicato, com base na análise fatorial. Essa análise também indica que a melhor combinação é a referente à amostra 01. Porém, experimentalmente, a melhor estrutura obtida faz referência à amostra 04. Essa diferença dos resultados teóricos e experimentais acontece porque a análise quimiométrica determina a influência dos fatores na resposta final, não se importando com um resultado específico.

5 – Referências Bibliográficas:

- CLEARFIELD, ABRAHAM. **Reactive Polymers, Ion Exchangers, Sorbents**. Inorganic Ion Exchange Materials, CRC Press, Boca Raton, Vol. 4, 3^a ed., Julho 1986, p. 248-249.
- GUO, XIANJI; HOU, WENHUA; YAN, QIJIE e CHEN, YI. **Pillared Layered Transition Metal Oxides**. Chinese Science Bulletin, Vol. 48, N^o. 2, 2003, p.101-110.
- NETO, B. B.; SCARMINIO, I. S. e BRUNS, R. E. **Planejamento e Otimização de Experimentos**. Ed. Unicamp, Campinas, 1995.
- NUNES, L. M.; AIROLDI, C; FARIAS, R. F. **The intercalation of n-alkyldiamines into crystalline layered titanate**. Materials Research Bulletin, Vol. 35, 2000, p. 2081 – 2090.
- NUNES, L. M.; SOUZA, A. G. e FARIA, R. F. **Synthesis of new compounds involving layered titanates and niobates with copper(II)**. Journal of Alloys and Compounds, Vol. 319, 1^a e 2^a ed., Abril 2001, p. 94-99.
- WANG, ZHENG-MING; YAMASHITA, N. e KANO, H. **Gaseous adsorption properties of a sílica-pillared layered manganese oxide**. Journal of Colloid and Interface Science, Vol. 269, 2004, p. 283–289.

FONTE DE FINANCIAMENTO: CNPq – PIBIC.

¹ Bolsista de Iniciação Científica (2005-2006), Instituto de Química – Laboratório 216. E-mail: furquim.gabriel@uol.com.br;

² Orientadora, Instituto de Química, UFG, liliane@quimica.ufg.br.