

REVESTIMENTO FOTOCATALÍTICO A BASE DE TIO₂ SOBRE O SILLAR (IGNIMBRITA)*

Rivalino Guzmán¹
Luis Lazo²
Daily Gallegos³
Albeniz Huaracallo⁴
Edgar Apaza⁵

Resumo

No seguinte trabalho foi impregnado sobre o Sillar (Ignimbrita) revestimentos fotocatalíticos a base de TiO₂ obtidos por sol-gel. Foram preparados soles de TiO₂ com ou sem surfactante utilizando o isopropóxido de titânio (TTIP) como fonte de Ti e o Brij58 como agente de porosidade. As ignimbritas foram recobertos/impregnado por imersão usando os distintos tipos de soles e controlando a umidade relativa a 20%. As amostras foram sinterizadas a 450°C / 1 hora ao ar. Recobriram-se testemunhos sobre o porta objetos de vidro que se caracterizaram por microscopia óptica e elipsometria espectral para determinar o índice de difração n e a espessura..

Palavras-chave: TiO₂; Ignimbrita; revestimento fotocatalítico; sol-gel.

PHOTOCATALYTIC COATING BASED ON TIO₂ ON THE SILLAR (IGNIMBRITE)

Abstract

In the following work impregnated on sillar (ignimbrite) photocatalytic coatings based on TiO₂ obtained by sol-gel. Soles of TiO₂ were prepared with or without surfactant using titanate isopropoxide (TTIP) as a source of Ti and Brij58 as a porosity agent. The ignimbrites have been coated / impregnated by immersion using the different types of suns and controlling the relative humidity at 20%. The samples have been sintered at 450 ° C / 1 hour in air. Cores were coated on the glass slide that were characterized by optical microscopy and spectral ellipsometry to determine the diffraction index n and the thickness..

Keywords: TiO₂; ignimbrite; photocatalytic coating; sol-gel.

¹ Professor, Depto. Engenharia de Materiais, UNSA, Arequipa – Perú.

² Professor, Depto. Engenharia de Materiais, UNSA, Arequipa – Perú.

³ Estudante, Depto. Engenharia de Materiais, UNSA, Arequipa – Perú

⁴ Estudante, Depto. Engenharia de Materiais, UNSA, Arequipa – Perú

⁵ Professor, Depto. Engenharia de Materiais, UNSA, Arequipa – Perú.

1 INTRODUÇÃO

Nos processos de oxidação fotocatalítica, são produzidos radicais hidroxila OH * que dão origem à oxidação de matéria inorgânica em H₂O e CO₂. Os hidroxilos são espécies altamente reativas com um potencial redox [2,8 V] maior do que muitos oxidantes convencionais, como ozônio (2,07 V) ou peróxido de hidrogênio (1,77 V). fotocatalise heterogénea é baseada na absorção directa ou indirecta de energia radiante (UV ou visível) com a possibilidade de utilização de luz solar como fonte de energia para ativar os catalisadores são tipicamente semicondutor de banda larga [1].

Em todos os semicondutores, TiO₂ tem sido o mais extensamente estudado [2-8], utilizada principalmente em aplicações de fotocatalise, devido às suas capacidades oxidantes fortes para decompor os contaminantes orgânicos, super-hidrofilicidade, a durabilidade, estabilidade química, sem toxicidade e transparência da luz visível..

2 DESENVOLVIMENTO

Para este trabalho foram usados amostras de sillar, com um tamanho de 1cmx2cmx5cm, levados para um forno de secagem a 80°C durante um dia e armazenadas em sacos hermeticamente fechados para evitar a contaminação por pó do ambiente.

2.1. Sillar

A origem do Sillar foi o resultado de uma grande explosão de um vulcão de 13 milhões de anos atrás e nos últimos 2 milhões de anos atrás, é que grandes quantidades de um material foram expelidas a alta temperatura de composição ígnea que resfriada e solidificada dando origem para a rocha chamada ignimbrita. Devido à dispersão do material incandescente é que numerosas pedreiras originaram-se na cidade de Arequipa - Peru.

Para determinar a composição química (tabela 1), utilizou-se a análise de fluorescência de raios X (FRX).

Tabela 1: Composição química (% em peso)

| óxido | % em peso |
|--------------------------------|-----------|
| CaO | 1.14 |
| Fe ₂ O ₃ | 1.34 |
| K ₂ O | 4.02 |
| MgO | 0.22 |
| Na ₂ O | 3.84 |
| Si ₂ O | 71.7 |
| Ti ₂ O | 0.20 |
| Al ₂ O ₃ | 13.4 |
| P ₂ O ₅ | 0.057 |
| MnO | 0.066 |

2.2. Metodologia

Síntese de nanopartículas de TiO₂ pelo método de sol-gel

Nanopartículas de TiO₂ foram preparados pelo método de sol-gel, pelo que se pretende produzir recobrimentos transparentes, homogêneos e com uma espessura fina.

As soluções coloidais (sol) foram obtidos a partir da mistura de 49,5426g Etanol (EtOH Sigma Aldrich > 99%) utilizado como componente solvente do processo sol-gel, em seguida, adicionado 1,6140g (AcAc Sigma Aldrich > 99 %) na forma de uma solução de complexação, então 7,8758g isopropóxido de titânio (TIPS ou TTIP com septum Sigma Aldrich > 97%), que é o principal componente alcóxido precursor de titânio e 0,9676g de água acidulada com ácido clorídrico HCl 0, 1 N (HCl VWR a 37%), que serve como a solução de catalisador, ele é adicionado, gota a gota e a mistura global é colocado sob agitação magnética para dissolver durante 1 hora. A preparação de toda a solução mantida a 25 ° C e uma porcentagem de umidade de 50% HR, no final da mistura de um total de 60g sol é conseguido.

Preparação de sol de sílica (SiO₂), deu a partir do precursor de tetraetilortossilicato (TEOS), para que começou pesagem 105,63776g de Etanol (EtOH Sigma Aldrich) como solvente com 40,60822g de tetraetilortossilicato (TEOS Sigma Aldrich > 99%) ter uma apresentação semelhante a um sólido sabão, em seguida, adicionado 3,4384g água acidulada com HCl 0,1 N de ácido clorídrico (HCl VWR 37%) como catalisador, gota a gota, a mistura foi colocada sob agitação magnética a 60 ° C em um banho de arrefecimento com glicerina a 11 ° C durante um período de 90 minutos. Após o tempo de agitação acima, a temperatura é reduzida para 40 ° C e terminou a adição do catalisador é acidificada água (HCl 0,1 N), gota a gota 10,31536g, finalmente, é deixada sob agitação durante um período de 60 minutos no banho de arrefecimento, obtendo-se um total de 80 g. vez completada a temperatura é desligado e deixou envelhecimento sob agitação constante durante 48 horas.

2.3. Revestimento

Testemunhas por Dip Coating

Revestimentos de sol de titânio e sílica foram feitos: SOL TiO₂ e SOL TEOS, em lâminas de vidro para medir suas propriedades ópticas e de espessura e verificar a obtenção das fases desejadas em ambos os soles antes de fazer os revestimentos em os substratos de cantaria. O procedimento de imersão de realizar as quatro etapas: (1) imersão do substrato, (2) extração a uma velocidade constante e controlada, (3) drenagem de ar para a evaporação do solvente e (4) consolidação da camada.

Utilizaram-se duas lâminas de vidro e um equipamento de revestimento por imersão comum com polia. O primeiro vidro foi revestido com a solução de TEOS a 25cm / min em temperatura e umidade normais, o segundo vidro foi revestido com a solução de TiO₂ a 25cm / min a 20°C e 15% de umidade relativa. Após a imersão foram realizados tratamentos térmicos em cada lâmina, o vidro foi coberto com TEOS a 450°C por 30 minutos com uma rampa de 10°C / min. O vidro revestido de titânio recebeu tratamento térmico a 450°C por 1 hora com uma rampa de 10°C / min.

2.4. Amostras de Sillar por Spray Coating

Revestimentos em amostras de Sillar de SOL TEOS e SOL TiO₂ foram realizadas pela técnica de revestimento por pulverização (revestimento por pulverização), para isso foi utilizado um conjunto de escovas de ar foi utilizado com controle de fluido e ventilador da Air Brush (bocal de 1 mm de diâmetro e 20 PSI aproximadamente). Pulverizar o caso de ambos os soles transformaram perpendicularmente sobre uma superfície plana sem inclinação a partir de uma distância de 5 cm a uma temperatura ambiente de 20°C e relativa <45% de umidade.

Amostras de Sillar foram divididos em dois grupos de acordo com o número de camadas de TEOS aplicado, o primeiro grupo de amostras foram revestidas com 10 camadas de TEOS e 5 TiO₂ (agora chamado 10TEOS-5TiO₂) e o segundo grupo com 15 camadas TEOS e 5 TiO₂ (agora chamado 15TEOS-5TiO₂).

Na aplicação das camadas de SOL TEOS, o secado entre cada camada foi a 80°C durante 5 minutos para terminar foram realizadas tratamento térmico da mesma maneira como para a lâmina de vidro a 450 ° C durante 30 minutos, com uma rampa de 10 ° C / min. Para a solução de Titânio SOL TiO₂ secagem entre demãos 10 minutos a 80, seguido por tratamento térmico para se obter a fase cristalina anatasa-rutilo a 450 ° C durante 1 hora, com uma rampa de 10 / min.

2.5. Resultados e caracterização

Propriedades ópticas das testemunhas por elipsometria espectral

As medições nos núcleos de vidro foram importantes para verificar as fases esperadas do anatásio para o dióxido de titânio de acordo com o índice de refração, a espessura dos revestimentos também foi verificada pela verificação da espessura dos nanocoatings.

Para a comparação dos resultados, foram utilizados os padrões de cor vermelha dos gráficos da Fig. 1 a) e b).

Onde MSE erro é o erro de medição que deve ser <10, "s" é a espessura da camada em nm e "n" é o índice de refração característica de cada revestimento em 700nm.

2.5.1. Sol TiO₂

O revestimento de titânio para uma velocidade de submersão de 25cm / min, um erro MSE = 8,63 foi obtido dentro dos parâmetros aceitos, s = 84,29nm e n = 1,98 que coincide com o de titânio próximo a 2 para anatase de acordo com a literatura.

2.5.2. Sol TEOS

O revestimento de titânio para uma velocidade de submersão de 25cm / min, um erro MSE = 11,59 foi obtido dentro dos parâmetros aceitos, s = 185,90 nm e n = 1,44 próximo a 1,46 para o silício de acordo com a bibliografia.

De acordo com estes resultados, pode-se afirmar que os revestimentos de nanopartículas foram obtidos nas fases desejadas e com espessuras adequadas, de modo que a atividade fotocatalítica seria efetiva no caso do revestimento de Titânio TiO₂.

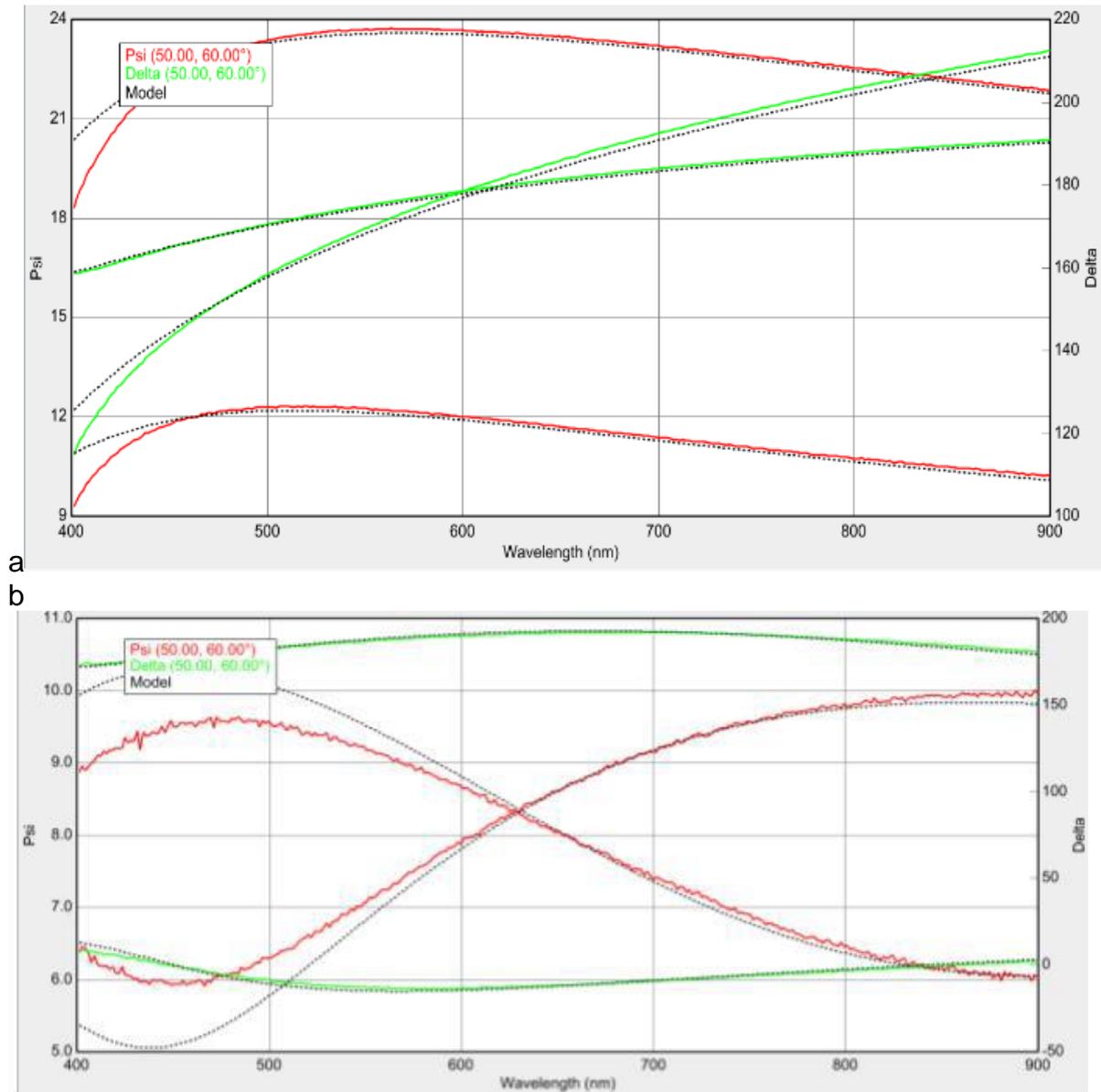


Fig. 1 Gráficos de Análise de Elipsometria Espectral
a) Sol de TiO₂ b) Sol de TEOS

Após a aplicação dos revestimentos e tratamento térmico, fotografias do resultado final dos revestimentos SOL TEOS são mostradas no grupo de fotografias na Fig. 2 e uma comparação é feita. A Figura a) apresenta um espécime de cantaria das dimensões 2cmx5cm e 1cm de espessura sem qualquer revestimento, somente tendo sido limpo com água destilada e seco a 80°C, a imagem b) nos mostra uma amostra de cinzas de aproximadamente as mesmas dimensões com um revestimento de 10 camadas de TEOS (10TEOS) após o tratamento térmico, na imagem c) você pode ver uma amostra de sillar com 15 camadas de TEOS (15TEOS)



Fig. 2 Comparação da quantidade de camadas de TEOS no Sillar
a) Sillar sem revestimento, b) Sillar + 10 TEOS, c) Sillar + 15 TEOS

Microscopia óptica Sillar com revestimento

Abaixo estão as fotografias dos espécimes de sillar com as camadas obtidas para 10 TEOS-5TiO₂ e 15 TEOS -5TiO₂:

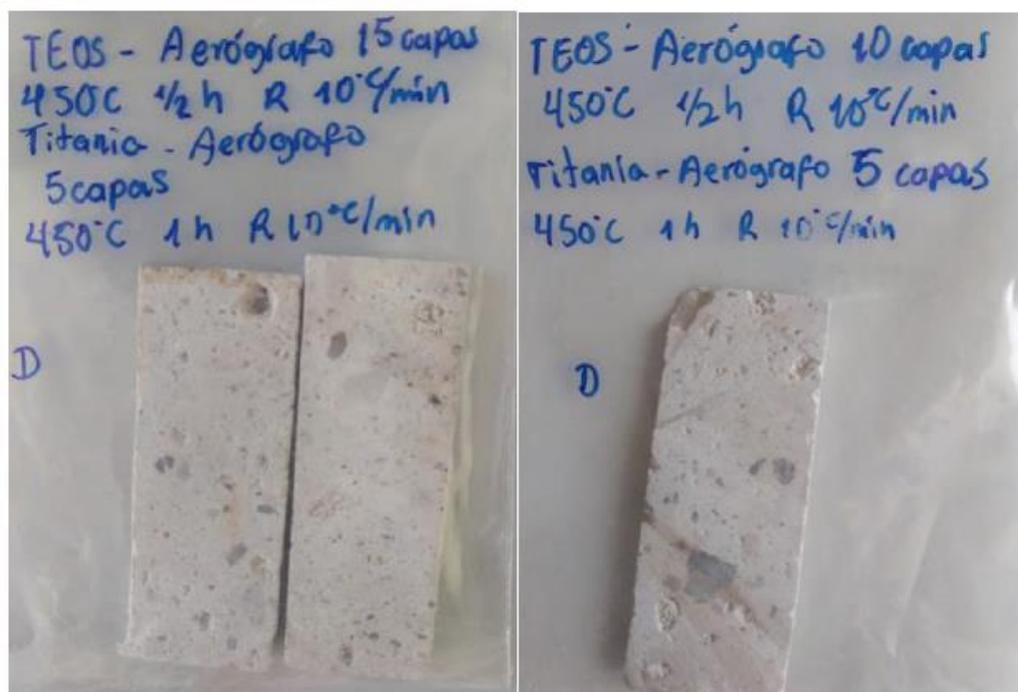


Fig. 3 Fotografias de camadas TEOS-TiO₂ para diferentes números de camadas

Nas fotografias de Fig. 3 uma mudança quase branco é observado em substratos de cantaria, como um halo branco, em seguida, ser partes da peça de teste foram observado no microscópio. As imagens mais representativas dos substratos de cantaria impregnados com os revestimentos no microscópio 4.

a) Apresenta substrato de Sillar com 10 camadas de TEOS e 5 camadas de TiO_2 (10TEOS-5 TiO_2) e Figura b) mostra o substrato cantaria com 15 camadas de TEOS e 5 camadas de TiO_2 (15TEOS-5 TiO_2 observada) .

Para ambas as imagens podem apreciar pequenas como cristais branco orvalho, estes cristais são de titânio são depositadas sobre as camadas de TEOS, estas imagens pode ser verificado que o titânio não foi totalmente absorvido pela rocha, mas o suporte de TEOS gera a camada que era esperada para conter o titânio. Além disso, na imagem b) é observado como uma camada I que quebrar a superfície da pedra de cantaria, esta camada pertence a TEOS, porque a quantidade de camadas 15, gera um revestimento mais espesso e quebradiços enquanto que a quantidade de Quebras de camada.

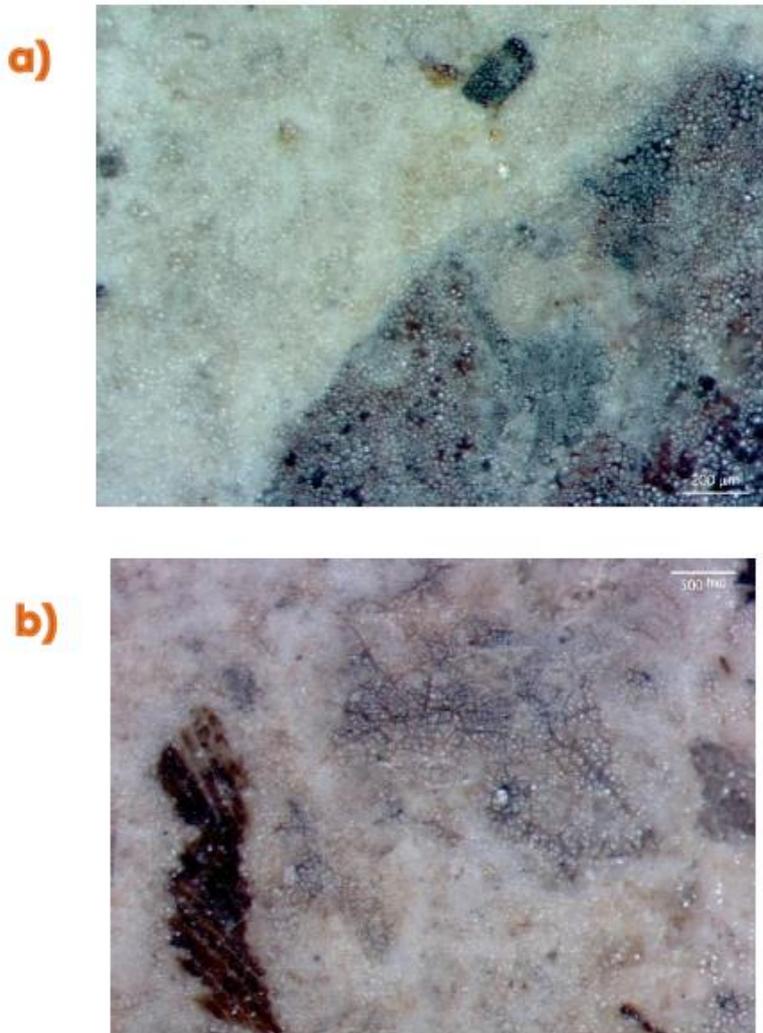


Fig. 4 Comparação de pedreiras Micrografias Cortadores a) 10TEOS-5 TiO_2 X4 b) 15TEOS-5 TiO_2 X4

3 CONCLUSÃO

Revestimentos de nanopartículas foram obtidos nas fases desejadas e com espessuras adequadas, de modo que a atividade fotocatalítica seria eficaz no caso do revestimento de Titânio TiO₂.

Agradecimentos

UNSA – INVESTIGA.

REFERÊNCIAS

- 1 Montar as referências conforme indicado nas normas (estilo Vancouver) para submissão de trabalhos. Sugerimos que sejam utilizadas apenas as principais referências. Seguem alguns exemplos.
- 2 Estrutura de referência de artigo: Autor(es). Título do artigo. Título do periódico. Ano; volume(número): página inicial e final do artigo.
- 3 Exemplo de referência de artigo: Farina PFS, Farina AB, Goldenstein H. Tratamento criogênico e de alívio de tensões em um aço AISI D2. Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração. 2012;9(2):140-147.
- 4 Estrutura de referência de artigo em meio eletrônico: Autor(es). Título do artigo. Título do periódico abreviado. Ano [data de acesso com a expressão "acesso em"];volume(número):paginação. Disponível em: URL.
- 5 Exemplo de referência de artigo em meio eletrônico: Marini OJ. Panorama técnico-científico do setor mineral brasileiro. Parcerias Estratégicas. 2001 [acesso em 26 ago. 2012];11:74-92. Disponível em: http://www.cgee.org.br/arquivos/pe_11.pdf.
- 6 Estrutura de referência de livro: Autor(es). Título do livro. Edição (a partir da segunda). Cidade: Editora; Ano.