

Óxido de cério incorporado em diferentes matrizes mesoporosas

Mariana T. Iwasaki¹ (PG), Alice A. M. L. F. Jardim¹ (PG), Tereza S. Martins^{1*} (PQ)

*e-mail: tsmartins@unifesp.br

¹ Laboratório de Materiais Híbridos, Universidade Federal de São Paulo - campus Diadema, SP – Brasil.

Palavras Chave: sílica mesoporosa ordenada, nanocompósitos, método na síntese, método pós-síntese.

Introdução

Sílicas mesoporosas ordenadas (SMO) possuem poros ordenados e uniformes na escala nanométrica (2 - 50 nm), volume de poro maior que $1 \text{ cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$ e área superficial elevada (até $1500 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$).¹ Devido às suas propriedades morfológicas, estruturais e texturais, as SMO são muito interessantes na preparação de nanocompósitos a base de óxidos metálicos, que são muito promissores, principalmente, para catálise. Neste contexto, este trabalho analisou o processo de incorporação de óxido de cério e óxido de níquel em duas SMO de estrutura de mesoporos diferentes (SBA-15 e FDU-1, estrutura de mesoporos hexagonal e cúbica, respectivamente). O óxido de cério foi escolhido devido suas propriedades ímpares, como por exemplo, elevado potencial redox e armazenamento de oxigênio.² Além disso, a junção dos dois óxidos metálicos melhora a atividade catalítica do nanocompósito, devido à forte interação entre os óxidos de cério e níquel.³

Resultados e Discussão

Os nanocompósitos SMO/CeO₂ foram preparados por dois métodos de síntese (na síntese, NS e pós-síntese, PS) e dois precursores metálicos (complexo, C, Ce(Pic)₃.2Gly.6H₂O, e nitrato de cério (III) hexahidratado, Nit, Ce(NO₃)₃.6H₂O). Utilizou-se o ortossilicato de tetraetila (TEOS) como fonte de sílica e o Pluronic P123 (EO₂₀PO₇₀EO₂₀) e o Vorasurf 504 (EO₃₈BO₄₆EO₃₈) como direcionadores de estrutura bidimensional hexagonal e cúbico, respectivamente.^{1,4} O SMO/CeO₂-NiO foi preparado por via úmida, utilizando como precursor o nitrato de níquel (II) hexahidratado, Ni(NO₃)₂.6H₂O. Os materiais foram caracterizados por difratometria de raios X (XRD), isotermas de adsorção de N₂ (NAI) e espectroscopia de absorção na região do infravermelho (IR).

De acordo com a Fig. 1, o XRD das amostras de SBA-15 apresenta os cinco picos de reflexão característicos de uma estrutura bidimensional hexagonal, indicando que a sílica se manteve estruturada após a incorporação e calcinação do precursor Ce(NO₃)₃.6H₂O. Porém, a amostra SBA-15:CeO₂-NS-C apresenta somente um pico de reflexão (100), sugerindo um colapso parcial dos mesoporos. Esse colapso pode estar relacionado às características do precursor de cério utilizado, Ce(Pic)₃.2Gly.6H₂O, que é um composto derivado

do ácido pícrico, um poderoso explosivo.⁵ Também, observa-se que as amostras de FDU-1 possuem o mesmo comportamento que as amostras de SBA-15, diferenciando apenas no tipo de estrutura da sílica. Com relação ao NAI, observa-se que ocorreu uma diminuição do volume de nitrogênio adsorvido pelas amostras de nanocompósitos, indicando a presença de óxidos metálicos nos mesoporos. Os dados de IR mostraram que não houve interação significativa entre as matrizes e os óxidos metálicos.

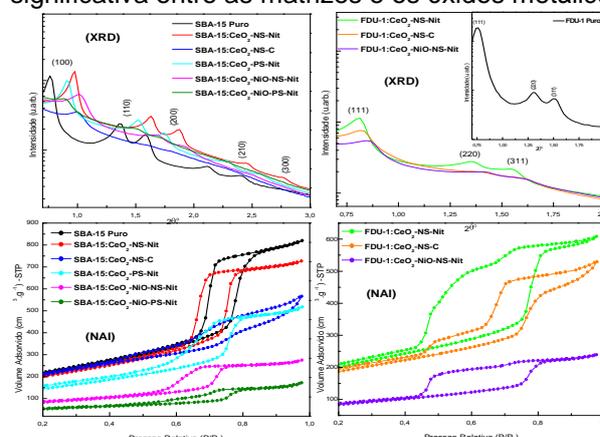


Figura 1. XRD e NAI dos nanocompósitos.

Conclusões

O tipo de precursor metálico influencia na estrutura de mesoporos da sílica, sendo que os materiais preparados com Ce(NO₃)₃.6H₂O apresentaram melhores propriedades estruturais de mesoporos, contudo são amorfos. Em relação aos dois métodos (NS e PS) foi possível obter nanocompósitos com estrutura de mesoporos ordenados similar às sílicas puras, todavia, as áreas superficiais das amostras PS são bem inferiores que as amostras obtidas pelo método na síntese.

Agradecimentos

LMH e Central Analítica da UNIFESP e Laboratório de Cristalografia do IF/USP.

¹ Fantini, M. C. A.; Kanagussuko, C. F.; Zilioti, G. J. M.; Martins, T. S. *J. Alloys Compd.* **2001**, *590S*, S357 - S360.

² Martins, T. S.; Hower, T. L. R.; Freire, R. S. *Quim. Nova.* **2007**, *30* (8), 2001-2006.

³ Cai, W.; Ye, L.; Zhang, L.; Ren, Y.; Yue, B.; Chen, X.; He, H. *Materials.* **2014**, *7*, 2340-2355.

⁴ Zhao, D.; Huo, Q.; Feng, J.; Chmelka, B. F.; Stucky, G. D. *J. Am. Chem. Soc.* **1998**, *120*, 6024-6036.

⁵ Pati, P.B.; Zade, S. S. *Tetrahedron Lett.* **2014**, *55*, 5290-5293.