

Síntese, estudo estrutural e textural de compósitos SBA-15:CeO₂-Mn

Danilo Gomes Genaro¹ (IC), Alice A. M. L. F. Jardim¹ (PG), Norberto S. Gonçalves (PQ)¹, Tereza S. Martins* (PQ) *tsmartins@unifesp.br

¹Instituto de Ciências Ambientais Químicas e Farmacêuticas, Universidade Federal de São Paulo, Diadema, SP.

Palavras Chave: Nanocompósitos, SBA-15, Óxido de Manganês, CeO₂, Sílicas Mesoporosas Ordenadas

Introdução

Nanocompósitos apresentam propriedades estruturais, morfológicas e texturais vantajosas, as quais são interessantes para uma gama de processos em diferentes âmbitos, em especial no químico e ambiental. Neste contexto, CeO₂ devido às suas propriedades redox, tem sido muito utilizado em catálise, escapamentos de automóveis e anodos de células a combustível. Na forma de óxido misto (CeO₂-MnO_x), devido ao efeito sinérgico destas duas espécies, é muito requisitado em reações de oxidação, principalmente as que envolvem poluentes como óxidos de nitrogênio (NO_x) gerados da queima de combustíveis como o óleo diesel.

Uma inconveniência deste óxido misto é sua baixa estabilidade térmica. Em temperaturas em torno de 500 °C ocorre sinterização e conseqüentemente perda da reatividade do óxido por diminuição drástica da sua área superficial.

A SBA-15 devido suas propriedades ímpares, como uniformidade dos mesoporos, diâmetro de poros ajustável (10 - 50 nm), área superficial específica elevada (~ 900 m².g⁻¹) e alta estabilidade térmica e mecânica² é uma excelente candidata a matriz para óxidos metálicos mistos.

Neste contexto, o objetivo deste trabalho é preparar óxido misto (CeO₂-MnO_x) incorporado em SBA-15 empregando o método na síntese (NS) visando obter materiais com melhores propriedades estruturais, texturais e térmicas.

Resultados e Discussão

Os compósitos foram preparados pelo método NS, que consiste da adição dos precursores metálicos juntamente com o precursor de sílica ao Pluronic P123 (PEO₂₀PPO₇₀PEO₂₀), em meio ácido, para obtenção de SBA-15:CeO₂x-Mny e SBA-15:Mny (x e y = 10 e 6% em mol de metal). Os materiais obtidos foram caracterizados por difratometria de raios X (XRD), isotermas de adsorção de nitrogênio (NAI) e, espectroscopia Raman e de absorção na região do infravermelho (IV).

Os dados de XRD a baixo ângulo (Fig. 1) mostraram que as amostras, com todos os percentuais molares de metal, estão com mesoporos estruturados, com estrutura bidimensional hexagonal similar a da SBA-15. Todavia, os picos referentes às reflexões desta estrutura, nos compósitos, tiveram pequenos deslocamentos para maior ângulo, portanto, menor parâmetro de rede e tamanho de poro, quando

comparados com a SBA-15. Esses dados são concordantes com os dados de NAI.

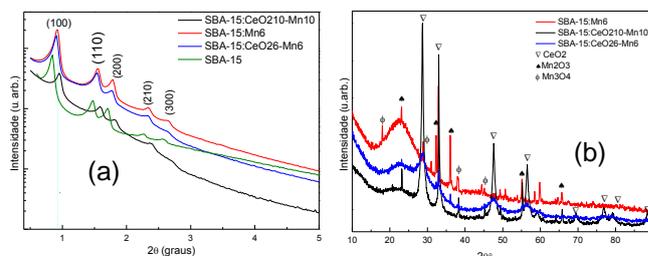


Fig. 1. XRD a baixo (a) e alto (b) ângulo dos materiais

No XRD a alto ângulo ($2\theta^\circ = 10$ a 90) de todos os compósitos, em torno de 23° de 2θ , aparece uma banda larga atribuída à parede amorfa da SBA-15. Sobreposta a essa banda aparecem picos referentes ao óxido de manganês. Em todos os compósitos observa-se uma mistura de óxidos de cério (CeO₂) e manganês (Mn₂O₃ e Mn₃O₄).

Os resultados de Raman não mostraram deslocamentos significativos dos picos nos compósitos, indicando baixa interação entre as espécies envolvidas. Todavia, aparecem bandas correspondentes ao cério e manganês.

Os espectros de absorção na região do IV mostraram somente bandas características da SBA-15, devido ao maior teor molar de silício nos compósitos, não sendo possível observar se houve alguma interação entre a matriz e os óxidos metálicos.

Conclusões

Os resultados mostraram que o método NS proporciona a obtenção de compósitos metálicos cristalinos, com estrutura de mesoporos similar a SBA-15, com alta área superficial e volume de poro. Essas características fazem com que esses materiais apresentem melhor performance catalítica, portanto, promissores para diversas aplicações em processos catalíticos, incluindo anodo de células a combustível de óxido sólido (SOFC).

Agradecimentos

A Camila O. Vieira do LMH pela ajuda na obtenção dos espectros IV, Central Analítica da UNIFESP e Laboratório de Cristalografia do IF/USP.

¹Martins, T. S.; Hower, T. L. R.; Freire, R. S. *Quim. Nova*, **2007**, *30* (8), 2001-2006.

²Zhao, D.; Huo, Q.; Feng, J.; Chmelka, B. F.; Stucky, G. D. *J. Am. Chem. Soc.* **1998**, *120*, 6024-6036.