

Síntese e caracterização de materiais mesoporosos ordenados de ferro-silicato (Fe-FDU-1)

Tereza S. Martins^{1,2*} (PQ), Luis C. Cides²(PG), Manfredo H. Tabacniks¹(PQ), Ivana C. Cosentino³(PQ), Jivaldo R. Matos² (PQ), Márcia C. A. Fantini¹ (PQ) *teka@iq.usp.br

¹Instituto de Física, Universidade de São Paulo, 66318, 05315-970, São Paulo, Brasil.

²Instituto de Química, Universidade de São Paulo, 26077, 05513-970, São Paulo, Brasil.

³IPEN, Av. Prof. Lineu Prestes 2242, Cidade Universitária, 05508-900, São Paulo, Brasil.

Palavras Chave: Material mesoporoso ordenado, funcionalização, síntese e caracterização.

Introdução

O ferro é usado em inúmeras aplicações catalíticas, por exemplo, degradação de compostos poluentes e reações de deslocamento na produção de hidrogênio. Sua incorporação às sílicas mesoporosas ordenadas (SMO) pode resultar em materiais mais estáveis e resistentes às operações industriais mais severas. Além disso, podem apresentar propriedades catalíticas bem melhores, estendendo seu uso a novos processos catalíticos, tanto industriais como ambientais.

O presente trabalho tem como objetivo preparar SMO incorporadas com Fe por diferentes metodologias de síntese e caracterizá-los.

Resultados e Discussão

A incorporação do Fe à sílica FDU-1 ocorreu durante a síntese da SMO utilizando $\text{FeCl}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ (~5% em mol de íon Fe^{3+}) e tetraetilortossilicato (TEOS) como fonte de Fe e sílica, respectivamente, e como direcionador de estrutura o copolímero tribloco B50-6600 (Dow Chemicals) em meio ácido. Para a síntese dos materiais, codificados como A1 e A2, o $\text{FeCl}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ foi adicionado à solução ácida do copolímero após 2 h de agitação e o sistema foi mantido sob agitação por mais 30 min. Em seguida, TEOS foi adicionado e o sistema permaneceu sob agitação por mais 24 h. Na etapa posterior foi realizado o tratamento hidrotérmico (TH) em forno convencional a 100 °C por 6 h. Após esta etapa o material foi dividido em partes iguais, sendo uma parte filtrada (A1) e a outra colocada em banho-maria (A2) para eliminação do solvente. O material após secagem foi calcinado em N_2 até 540 °C e mantido nessa temperatura 200 min em ar para eliminação do material carbonáceo. Para as amostras codificadas como B1, B2, C1 e C2, o $\text{FeCl}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ foi adicionado após 24 h de agitação do sistema (copolímero e TEOS). A agitação foi mantida por mais 30 min e o sistema dividido em duas partes iguais (parte 1 e parte 2). A parte 1 foi tratada com NH_4OH (pH ~ 2,0) e submetida ao TH (nas condições já citadas). Posteriormente, foi dividida em duas partes, uma delas filtrada e lavada (B2) e a outra evaporada (B1). A parte 2 foi submetida ao TH por 3 h, em seguida

tratada com NH_4OH (pH ~ 3,5) e o TH foi mantido por mais 3 h. Essa amostra, obtida da parte 2 também foi dividida em outras duas partes, a primeira foi filtrada e lavada (C1), e a outra evaporada (C2). Todas as amostras foram calcinadas nas mesmas condições.

Os materiais resultantes foram caracterizados por SAXRD (Small angle Xray diffraction), isotermas de adsorção-dessorção de N_2 e RBS (Rutherford back-scattering spectrometry). Os dados de SAXRD (Fig.1) mostram que todos os materiais estão estruturados e apresentam perfil similar à sílica cúbica FDU-1 pura¹. As áreas superficiais (método BET) das amostras obtidas através das isotermas de adsorção de N_2 são, respectivamente, 714, 677, 644, 640, 584, 554 $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ para amostras A1, A2, B1, B2, C1, C2 e os tamanhos de poros estão próximos de 10 nm. Os teores de ferro obtido por RBS são: 1,60 (A1), 3,67 (A2) 4,60 (B1), 0,09 (B2), 1,88 (C1) e 4,80 (C2).

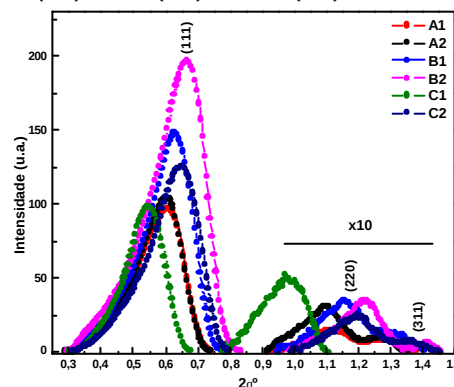


Fig. 1. SAXRD das amostras calcinadas.

Conclusões

Os materiais obtidos apresentaram quantidades de ferro diferentes, sendo que as amostras evaporadas possuem maior teor. Todas estão estruturadas e com estrutura compatível à sílica cúbica FDU-1 pura¹. Os materiais B1 e B2 apresentam melhor estruturação. As áreas superficiais de todas as amostras são altas, mas com uma diminuição à medida que a porcentagem de ferro aumenta na SMO.

Agradecimentos

A FAPESP, CAPES e CNPq pelo apoio financeiro.

¹ Matos JR, Kruk M, Mercuri LP, Jaroniec M, Zhao L, Kamiyama T, Terasaki O, Pinnavaia TJ, Liu Y J. *Am. Chem. Soc.* 2003, 125 (3): 821.