# Síntese, caracterização e emprego do cério encapsulado em sílica mesoporosa ordenada de estrutura cúbica

Tereza S. Martins<sup>1,2\*</sup> (PQ), Thiago L. R. Hewer<sup>2</sup> (PG), Luis C. Cides<sup>2</sup> (PG), Paulo C. Isolani (PQ)<sup>2</sup>, Jivaldo R. Matos<sup>2</sup> (PQ), Renato S. Freire<sup>2,3</sup> (PQ) Márcia C. A. Fantini<sup>1</sup> (PQ). \**teka@iq.usp.br* 

<sup>1</sup>Instituto de Física, Universidade de São Paulo, 66318, 05315-970, São Paulo, Brasil. <sup>2</sup>Instituto de Química, Universidade de São Paulo, CEP 05508-900, São Paulo, Brasil. <sup>3</sup>CEPEMA/USP, Centro de Capacitação e Pesquisa em Meio Ambiente, Cubatão/SP, Brasil. Palavras Chave: Material mesoporosos ordenados, cério, degradação fotocatalítica.

### Introdução

A sílica mesoporosa ordenada (FDU-1)<sup>1</sup> possui estrutura cúbica altamente ordenada em forma de gaiola, hidrotermicamente estável, com tamanho de poro de 12 nm, volume de poro de 0,77 cm<sup>3</sup> g<sup>-1</sup>, espessura da parede dos poros de ~ 8 nm e área superficial de 740 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>. Metais incorporados e/ou encapsulados em materiais mesoporosos ordenados (SMO) têm despertado a atenção dos pesquisadores principalmente, para aplicações catalíticas. Dentre eles, o cério é de especial interesse em virtude de suas propriedades redox, mobilidade iônica e eficiência na armazenagem de oxigênio. Cério encapsulado em SMO mostra-se muito promissor para a utilização em processos de fotocatálise heterogênea aplicados na degradação de compostos poluentes, por exemplo, corantes têxteis industriais, como o Preto Remazol (PR).

### **Resultados e Discussão**

A sílica cúbica FDU-1 e os materiais precursores do óxido de cério (Ce(pic)<sub>3</sub>.xH<sub>2</sub>O e Ce(pic)<sub>3</sub>.2Leu.5H<sub>2</sub>O pic = picrato e Leu = L-leucina) foram (onde: sintetizados conforme Matos at al<sup>1</sup> e Martins<sup>2</sup>, respectivamente. Os compostos (~ 2% do íon  $Ce^{3+}$ ) solubilizados em etanol foram adicionados à sílica FDU-1 suspensa em tolueno e o sistema agitado por 48 h a 25 °C. Os materiais resultantes foram filtrados, lavados com tolueno, secos a 40 °C em estufa e em seguida calcinados a 540 °C em atmosfera de N, seguida de ar com isoterma de 120 min, para obtenção do CeO<sub>2</sub> encapsulado na sílica FDU-1. Numa etapa posterior procederam-se os testes de degradação do PR em um reator de 400 mL, lâmpada de vapor de mercúrio de 125 W como fonte de UV e uma solução de 100 mg L<sup>1</sup> de PR.

A Fig.1 ilustra os difratogramas de raios X a baixo ângulo (SAXRD) da sílica mesoporosa FDU-1 encapsulada com os compostos Ce(pic)<sub>3</sub>.xH<sub>2</sub>O e Ce(pic)<sub>3</sub>.2Leu.5H<sub>2</sub>O codificados de A1 e A2 antes da calcinação e B1 e B2 após a etapa de calcinação, respectivamente. Os dados de SAXRD mostram quatro reflexões e foram indexados como (111), (220), (311) e (420) de estrutura cúbica de face centrada (fcc). Esses dados estão compatíveis com os da 29<sup>a</sup> Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química sílica FDU-1 pura<sup>1</sup>. Pode-se observar na figura abaixo que a SMO continua bem estruturada após inserção dos compostos de cério e também após a calcinação para a obtenção do CeO<sub>2</sub>.



Fig. 1. SAXRD da sílica FDU-1 encapsulada com Ce.

A atividade catalítica dos materiais B1 e B2 foi comparada com a do  $CeO_2$  puro, o qual foi usado em quantidade 10 vezes maior ao encontrado na SMO encapsulada. Após 140 minutos de tratamento, a porcentagem de degradação do PR empregando-se os materiais B1 e B2 foi de 58% e 75%, respectivamente. Nas mesmas condições, utilizandose CeO<sub>2</sub> puro obteve-se apenas 50% de degradação. A adsorção do PR no FDU-1 puro e nos materiais B1 e B2, avaliada por termogravimetria (TG) foi de ~ 4% em massa. Desta forma, a resposta catalítica dos materiais além de ser muito superior ao CeO<sub>2</sub> puro, mostrou estar relacionada com suas propriedades fotocatalíticas.

#### Conclusões

Os materiais mesoporosos incorporados com cério mostram grande potencial para aplicação na degradação de compostos orgânicos poluentes. Ademais, o tipo de precursor empregado na síntese do cério mostrou grande influência na resposta catalítica dos mesmos.

#### Agradecimentos

À FAPESP, CAPES e CNPq pelo apoio financeiro.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> 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*.

## Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

<sup>2</sup> Martins TS, Matos JR, Vicentini G, Isolani PC; *J. Therm. Anal. Cal.* **2005** (in press).