Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

Síntese e caracterização de catalisadores de nanopartículas de Ni suportadas em carvão e sílica

Andréia M. Porcari (IC), Cristiane B. Rodella (PQ), Herbert Winnischofer[+] (PQ), Daniela Zanchet[*] (PQ)

LNLS – Laboratório Nacional de Luz Síncrotron, C.P. 6192, Campinas, SP, 13084-971. **zanchet@lnls.br*
+Endereço atual: Universidade Federal do Paraná, Setor de Ciências Exatas, Departamento de Química, Jd. das Américas - Centro Politécnico, Curitiba - PR - Brasil - CEP 81.531-990.

Palavras Chave: catalisadores modelo, *processo sol-gel, fisissorção, quimissorção,*

Introdução

Na catálise heterogênea as propriedades texturais e estruturais dos catalisadores, bem como a natureza dos sítios ativos e a interação fase-ativa/suporte exercem um papel determinante em sua aplicabilidade e eficiência. A obtenção de catalisadores modelos pela incorporação de nanopartículas coloidais (NPs) em diferentes suportes pode levar a melhor compreensão desses materiais e a ampliação de suas propriedades. O objetivo deste trabalho foi a síntese e caracterização de suportes obtidos por processo sol-gel e seu uso na obtenção de catalisadores pela incorporação de NPs de níquel. Esses materiais foram caracterizados quanto as propriedades texturais e dispersão das NPs.

Resultados e Discussão

NPs de níquel coloidais[1], com Ø = 7,8nm, foram impregnadas em carvão ativo (Merck, **C**) e sílica na proporção de 5%m/m. A sílica foi sintetizada pelo método sol-gel[2], em condições ácidas (pH~1, **S1**) e básicas (pH~14, **S2**) e posterior calcinação a 600^{0}C/8h. Os suportes e sistemas catalíticos foram caracterizados por fisissorção de N_2 e a área metálica foi determinada por quimissorção de H_2, após tratamento térmico para remoção do surfactante que recobre as NPs coloidais.

As NPs coloidais e o sistema 5%**Ni/C** foram caracterizadas por microscopia eletrônica de transmissão (TEM), confirmando a estreita distribuição de tamanho das NPs e boa dispersão no suporte (Figura1) .

As isotermas de adsorção-dessorção mostraram que a morfologia dos poros permaneceu inalterada após a impregnação das NPs em todos os sistemas, sendo que o carvão apresentou isoterma mista do tipo I e IV (classificação IUPAC[3]); a **S1** apresentou isoterma tipo I e a **S2** apresentou isoterma tipo IV e com histerese tipo II. Entretanto, com a impregnação houve uma diminuição acentuada da área superficial e do volume de poros no caso do 5%**Ni/C** e 5%**Ni/S1** (Tabela 1), indicando que as NPs obstruem parte dos microporos. Por sua vez, os dados de quimissorção revelaram que a área metálica ativa do catalisadore 5%**Ni/C** é um pouco inferior que a dos catalisadores 5%**Ni/S1** e 5%**Ni/S2**, indicando uma melhor dispersão das NPs em sílica. É importante notar que o valor esperado para NPs de Ø =7,8 nm é de ~5%. Esses resultados confirmam a boa dispersão das NPs em todos os suportes, como mostrado por TEM.

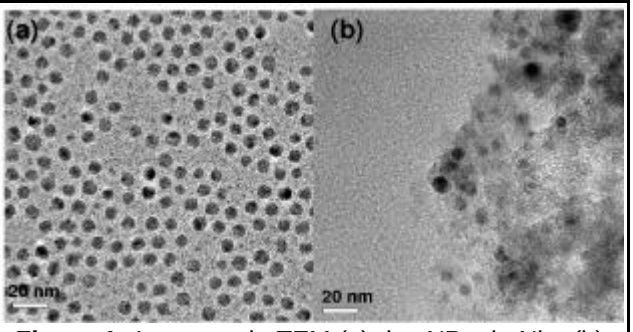

Figura 1: Imagens de TEM (a) das NPs de Ni e (b) do catalisador 5%Ni/C

Tabela 1. Dados das análises de fisissorção de N_2 a 77K e quimissorção de H_2.*(Erro Relativo de 5%)*

Dado	C	5% Ni/C	S1	5% Ni/S1	S2	5% Ni/S2
S_{BET} (m^2/g)	990	700	*	*	65	51
S_{MP} (m^2/g)	960	670	420	234	*	*
V_T (cm^3/g)	0,9	0,7	0,2	0,1	0,2	0,2
S_M (m^2/g)	*	3,8	*	5,2	*	5,0

*="não se aplica"; S_{BET} = área de mesoporos; S_{MP} =área de microporos (t-plot); V_T =volume total de poros e S_M=área metálica

Conclusões

Foi possível obter suportes com propriedades texturais diferenciadas através do processo sol-gel, e a obtenção de catalisadores pela incorporação de NPs de Ni coloidal. As análises mostraram uma boa dispersão das NPs no suporte, com área metálica compatível com a presença de partículas individuais. Testes catalíticos de hidrogenação estão em andamento para avaliar a influência das propriedades dos diferentes suportes.

Agradecimentos

Este projeto foi realizado com apoio do LNLS e PIBq/CNPq. Agradecemos ao LME-LNLS pelo uso do TEM.

[1]Winnischofer, H., Rocha, T. C. R., Nunes, W. C., Socolovsky, L. M., Knobel, M., Zanchet, D., submetido.
[2]Castro, Y.; Aparício, M., Moreno, R., Duran, A., Journal of Sol-Gel Science and Technology, 2005, 35, 41
[3]Santilli, C.V., Pulcinelli, S.H., Cerâmica, 1993, 39(259), 11.