

Obtenção de nanopartículas de Co_3O_4 dispersas em matriz mesoporosa de sílica-titania

Alessandra Fernandes Silva¹(IC), Alano Vieira da Silva Neto¹(PG), Patrícia P. Confessori Sartoratto¹(PQ)

patricia@quimica.ufg.br

¹Instituto de Química, Universidade Federal de Goiás, C.P. 131, cep 74001-970, Goiânia-GO

Palavras Chave: sílica mesoporosa, óxido de cobalto, catalisador suportado

Introdução

Uma grande variedade de metodologias de preparação de metais de transição nanoestruturados vem sendo estudadas, visando ao aumento da superfície de adsorção e da seletividade catalítica. Catalisadores de cobalto suportados em materiais porosos têm sido investigados, entre outros motivos, por sua alta atividade em reações de Fischer-Tropsch. Na preparação dos catalisadores, a homogeneidade da dispersão do cobalto e da estrutura de poros são fatores importantes para um alto desempenho catalítico. Neste trabalho foram obtidas nanopartículas de Co_3O_4 dispersas em matriz híbrida de sílica-titânia. As propriedades texturais dos materiais obtidos foram avaliadas.

Resultados e Discussão

Nanopartículas de óxido de níquel suportadas em sílica foram preparadas adicionando-se nitrato de cobalto em misturas precursoras sol-gel contendo tetraetoxissilano (TEOS) e tetraisopropóxido de titânio (TIP). A mistura precursora foi preparada a partir de TEOS, H_2O , Etanol e NH_3 na proporção molar de 1:53:40:0,086 e TIP (razão molar $\text{Si}/\text{Ti}=7,5$) e aquecida a 50 °C por 3 horas. Após resfriamento, ácido cítrico (AC) e nitrato de cobalto (II) foram adicionados. Posteriormente à formação do gel, que se deu após secagem a 70°C por 48 horas, o mesmo foi submetido a tratamento térmico a 500 °C. As amostras foram também calcinadas a 700 e 900°C. O tratamento térmico a 500°C resultou em sólidos de cor azul, enquanto que os tratamentos térmicos a 700°C e 900°C resultaram em sólidos de cor verde-oliva, sugerindo a formação do óxido Co_3O_4 . Foram obtidas amostras contendo percentuais em massa de cobalto de 15% (SiTiCo15) e 25 % (SiTiCo25).

Os difratogramas de raios X dos sólidos calcinados a 700 e 900 °C apresentaram picos de reflexão característicos da fase de Co_3O_4 , não sendo detectada a formação de TiO_2 cristalino, o que sugere uma alta dispersão do titânio no material (figura 1). Os diâmetros médios dos domínios cristalinos para as amostras SiTiCo15 e SiTiCo25 calcinadas a 700 °C foram de 4,8 e 5,3 nm, respectivamente. Observou-se aumento do diâmetro médio das nanopartículas com o tratamento térmico a 900 °C (8,8 e 7,4 nm).

A calcinação de uma amostra preparado sem adição de TIP não resultou na formação de nanopartículas de óxido de cobalto.

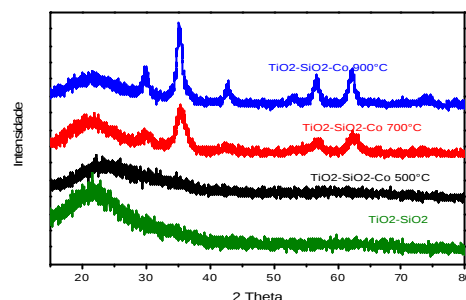


figura 1 : DRX da amostra SiTiCo15.

A Tabela 1 mostra as propriedades texturais de alguns dos materiais obtidos. Observa-se decréscimo na área superficial e volume de poros com o tratamento térmico, bem como aumento no diâmetro médio dos poros. Entretanto, a distribuição de tamanho de poros permanece relativamente estreita.

Tabela 1. Valores de área superficial (BET) e volume e diâmetro de poros (BJH) do material contendo 15% Co, calcinado a 500, 700 e 900 °C

Amostra	Área Superficial (m^2/g)	Volume de Poros (cm^3/g)	Diâmetro de poros (nm)
SiTi/500	634	1,26	8,6
SiTiCo15/500	348	0,83	8,9
SiTiCo15/700	272	0,62	9,2
SiTiCo15/900	109	0,38	14,2

Conclusões

A incorporação in situ de íons Co^{2+} em misturas precursoras sol-gel de sílica-titânia e posterior calcinação do gel a 700 °C resultou em nanopartículas de Co_3O_4 com diâmetros médios de 5 nm dispersas em materiais mesoporosos.

Agradecimentos

FUNAPE, OXITENO, CNPQ, FINEP