

Preparação de óxido de cobalto suportado em sílica do tipo MSU-4

Thaíza Carvalho da Rocha^{1*} (IC), Patrícia P. Confessori Sartoratto¹ (PQ)

thayzacarvalho@yahoo.com.br

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

Palavras Chave: sílica sulfatada, MSU-4, óxido de cobalto

Introdução

As sílicas do tipo MSU-4 são sintetizadas utilizando-se surfactantes não iônicos como agentes direcionadores de poros e alcóxidos de silício como precursores de sílica. Essas sílicas apresentam uma estrutura de mesoporos com regularidade no diâmetro de poros, mas sem periodicidade à longa distância¹. Porém, pode ocorrer uma porosidade interpartícula complementar, com poros de diâmetros maiores que 40 nm o que pode ser útil em processos catalíticos^{1,2}. O cobalto é comumente a fase ativa de catalisadores utilizados na obtenção de hidrocarbonetos a partir de gás de síntese e pode ser suportado em um sólido pela impregnação de um sal de cobalto³. Neste trabalho foram preparados precursores de catalisadores de cobalto a partir da impregnação de nitrato de cobalto em sílica do tipo MSU-4 e MSU-4 sulfatada. Os materiais obtidos antes e após tratamento térmico foram caracterizados por difração de raios X (DRX) e por medidas de adsorção/dessorção de nitrogênio.

Resultados e Discussão

A sílica MSU-4 foi preparada com base em metodologia descrita na literatura, utilizando-se Tween-80 como direcionador de poros e TEOS como precursor da sílica¹. Uma parte da sílica obtida foi tratada com H₂SO₄ 0,25 molL⁻¹. Depois de serem calcinadas a 500 °C, a sílica MSU-4 e as sílicas sulfatadas MSU-4/S1 e MSU-4/S2 foram colocadas em contato com uma solução aquosa de nitrato de cobalto e a água foi posteriormente evaporada por aquecimento a 100°C. Em seguida, os sólidos foram calcinados a 700°C, obtendo-se as sílicas MSU-4/Co, MSU-4/S1/Co e MSU-4/S2/Co, com teores nominais de cobalto de 15% (m/m). Nos difratogramas de raios X (figura 1A), observa-se que tanto a sílica como as sílicas sulfatadas apresentam um pico de reflexão em 2θ entre 1 e 2 graus, o que é característico de estruturas que possuem regularidade no diâmetro de poros. Após impregnação do nitrato de cobalto e calcinação, o pico em baixo ângulo permanece presente e a distância interplanar continua entre 4,6 e 5,0 nm (tabela 1). Na região de maior ângulo, os DRX das sílicas impregnadas com cobalto (figura 1B) apresentam um conjunto de picos característico de uma única fase de óxido de cobalto, Co₃O₄, cujos

cristalitos apresentaram diâmetro médio de 25 nm. As amostras contendo cobalto apresentaram valores de área superficial inferiores aos das amostras sem cobalto (tabela 1). Este comportamento é justificado considerando-se que as partículas de óxido de cobalto podem preencher parcialmente os poros do material.

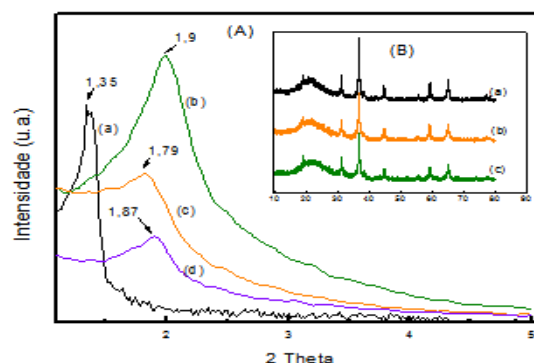


Figura 1. (A) DRX das sílicas (a) não calcinada, (b) calcinada, (c) MSU-4/S1 e (d) MSU-4/S2; (B) DRX das sílicas impregnadas com cobalto (a) MSU-4/S2/Co, (b) MSU-4/S1/Co e (c) MSU-4/Co.

Tabela 1. Espaçamento interplanar e área superficial específica das sílicas obtidas.

Amostra	d ^b (nm)	S _{BET} (m ² .g ⁻¹)
MSU-4/NC ^a	6,5	-
MSU-4	4,6	628
MSU-4/Co	4,6	423
MSU-4/S1 ^c	4,9	673
MSU-4/S1/Co	5,0	386
MSU-4/S2 ^c	4,7	614
MSU-4/S2/Co	4,8	320

a- não calcinada; b- distância entre dois poros adjacentes; c-S1 e S2 refere-se à diferentes graus de sulfatação.

Conclusões

Nanocristalitos de Co₃O₄ foram eficientemente suportados nas sílicas MSU-4 e MSU-4 sulfatada. Apesar da diminuição no volume de poros após impregnação do cobalto, suas propriedades texturais continuam adequadas para aplicação em catálise heterogênea.

Agradecimentos

FINEP, CNPq, Funape-UFG

¹ Prouzet, E., Cot, F., Pinnavaia, T. J. *Chem. Mater.* **1999**, 1498.

² Tanev, P. T., Pinnavaia, T. J. *Science*. **1995**, 267, 865.

³ Khodakov, A. Y.; Bechara, R. *Appl. Catal.* **2003**, 27.