

Novas rotas de síntese do óxido misto $\text{SiO}_2/\text{MnO}_x$ obtido através do processo sol-gel

Rafael Franklin Medeiros (IC), Francisco Manoel dos Santos Garrido* (PQ), Emerson Schwingel Ribeiro (PQ) e Marta Eloisa Medeiros (PQ). chico@iq.ufrj.br

Instituto de Química - UFRJ, CEP 21949-909, Cidade Universitária, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

Palavras Chave: processo sol-gel, óxido de manganês, $\text{SiO}_2/\text{MnO}_x$.

Introdução

Os óxidos mistos $\text{SiO}_2/\text{M}_x\text{O}_y$ obtidos pelo processo sol-gel, designados de compósitos, normalmente aliam as propriedades mecânicas e químicas da sílica gel com as propriedades químicas do óxido metálico livre. Apresentam propriedades importantes, as quais podem destacar: elevado grau de dispersão e homogeneidade de partículas de M_xO_y na matriz de SiO_2 , elevada resistência mecânica e química, e caráter ácido de Brønsted e de Lewis. A preparação desses materiais não é trivial, pois a cinética de hidrólise, catalisada por ácido, é bastante diferente para cada precursor. Como normalmente existe uma correlação entre a característica do compósito obtido com a técnica de preparação, ela necessita ser bem estudada sob o ponto de vista da reprodutibilidade. Assim, o objetivo deste trabalho é o estudo da preparação e caracterização do sistema $\text{SiO}_2/\text{MnO}_x$ obtido pelo processo sol-gel, utilizando dois diferentes precursores Mn (II) (acetato e nitrato). Primeiramente se fez a pré-hidrólise da solução de TEOS/etanol (v/v) com uma solução de HCl 3,5 mol L^{-1} . Após, o sal de manganês foi dissolvido em etanol e adicionado na mistura reacional, e novamente mais HCl 3,5 mol L^{-1} foi adicionado. Então após o tempo de reação, o solvente foi evaporado até a formação do xerogel. O material então foi lavado em Soxhlet e seco a vácuo resultando nos materiais tipo $\text{SiO}_2/\text{MnO}_x$.

Resultados e Discussão

A técnica de fluorescência de raios-X mostrou que a concentração dos óxidos nos materiais é dependente do precursor utilizado e da sua concentração no meio reacional. A maior concentração de óxido de manganês é obtida quando se utiliza $(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2\text{Mn}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Usando-se $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2\cdot x\text{H}_2\text{O}$, parte do nitrato de manganês não sofre hidrólise, desta maneira ele é facilmente extraído quando o material é lavado em extrator Soxhlet por 8 h com etanol.

Os espectros de IV (Figura 1) indicam que a rede de SiO_2 é pouco perturbada pelo aumento da quantidade de manganês, sugerindo que o MnO_x está disperso na superfície.

A Figura 2 exibe os difratogramas de raios-X para duas amostras de $\text{SiO}_2/\text{MnO}_x$ acetato. Os materiais apresentam baixa cristalinidade. No entanto, observa-se uma mudança no difratograma

de DRX em $2\theta = 35^\circ$ quando a concentração do MnO_x na matriz de sílica é aumentada, provavelmente devido a uma maior agregação do MnO_x no material.

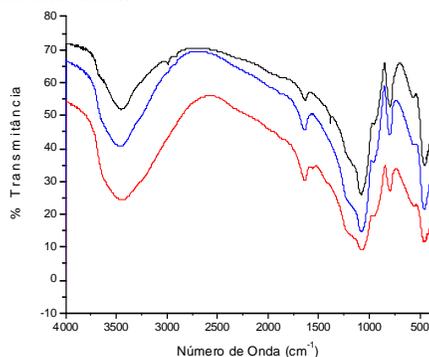


Figura 1: Espectros de IV para os materiais obtidos pelo processo sol-gel: (—) Sílica Pura; (—) $\text{SiO}_2/\text{MnO}_x$ 62,3%/37,7%; (—) $\text{SiO}_2/\text{MnO}_x$ 79,6%/20,4%.

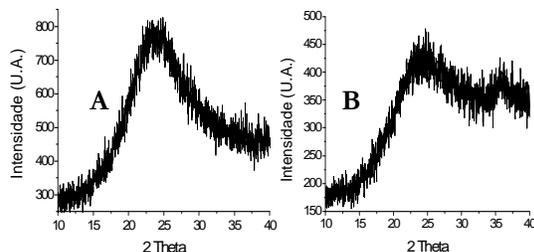


Figura 2: DRX das amostras: (A) $\text{SiO}_2/\text{MnO}_x$ Acetato 90,9%/9,1%; e (B) $\text{SiO}_2/\text{MnO}_x$ Acetato 78,1%/21,9%.

Conclusões

O método de síntese proposto para os materiais $\text{SiO}_2/\text{MnO}_x$, usando dois precursores, é reprodutível. Observa-se uma mudança no difratograma de DRX quando a concentração do manganês na matriz de sílica é aumentada, provavelmente devido a maior agregação do MnO_x nos materiais. Os resultados de IV indicam que a rede de SiO_2 é pouco perturbada pela adição de manganês, sugerindo que o MnO_x está disperso na superfície.

Agradecimentos

Ao CNPq e FAPERJ pelo auxílio financeiro e ao IEN pelas análises de EDRX.

¹ C.J. Brinker, G.W. Scherer, In: *Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*, Academic Press, San Diego, 1990.

² C. Moriwaki, F.M. Pelissari, R.A.C. Gonçalves, J.E. Gonçalves e G. Mاتيoli, *Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic* **49** (2007) 1.