

Síntese, caracterização e propriedades catalíticas do compósito mesoporoso de V_2O_5/WO_3 .

Aline Turini Bolsoni* (PG), Joicy Santamalvina dos Santos (PG), Marilda das Dores Assis (PQ), Herenilton Paulino Oliveira¹ (PQ).

¹Depto. de Química, FFCLRP, USP – Av. Bandeirantes 3900, Ribeirão Preto, SP, 14040-90, Brasil
alinetb@pg.ffclrp.usp.br

Palavras Chave: óxido de vanádio, óxido de tungstênio, (z)-cicloocteno e ciclohexano.

Introdução

Há um grande interesse em materiais mesoporosos devido as suas propriedades adsorventes e catalíticas, que podem ser obtidos a partir de óxidos de metais de transição mesoestruturados [1]. Além disso, materiais que contêm vanádio são importantes devido as suas aplicações como catalisador em reações de oxidação de hidrocarbonetos [2]. Neste contexto, o óxido mesoporoso de V_2O_5/WO_3 foi sintetizado pelo processo sol-gel utilizando o gel de óxido misto V_2O_5/WO_3 e uma mistura binária de brometo de cetiltrimetilamonio e hexadecilamina. Utilizaram-se as seguintes técnicas para determinação da composição e estrutura do material: DRX, IV-TF e MEV. Visando investigar suas propriedades catalíticas, realizamos a oxidação do (z)-cicloocteno e do ciclohexano empregando ácido metacloroperbenzóico como oxidante.

Resultados e Discussão

Os parâmetros de difração de raios-X do compósito mesoporoso sugerem que este material consiste em duas fases diferentes (xerogel de V_2O_5 e WO_3). Os picos em $2\theta = 2,5^\circ$, $5,0^\circ$ e $7,3^\circ$ correspondem os picos de difração 001 , 002 e 003 , da estrutura lamelar do V_2O_5 . O pico ao redor de $2,5^\circ$ indica um aumento de aproximadamente 25Å do espaçamento interlamelar após a formação do compósito mesoporoso (figura 1). O espectro de IV-TF apresenta picos de absorção próximos de 3400 cm^{-1} associados à ligação N-H de amina primária, mas se observa uma banda ao redor de 2900 cm^{-1} típica do estiramento vibracional da ligação N-H do grupo NH_3^+ que se sobrepõe às bandas características do estiramento da ligação C-H. Observa-se também a ocorrência dos picos em 2910 cm^{-1} , $\nu(\text{CH})$; 1425 cm^{-1} , $\nu(\text{CN})$; 1300 cm^{-1} , $\nu(\text{CH}_2)$ devido a presença do agente tensoativo [3]. As absorções em 635 , 903 , e 948 cm^{-1} são características das ligações V-O da amostra.

As imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura do compósito mesoporoso mostraram uma estrutura altamente porosa. Isto se refere provavelmente à região previamente ocupada pelas moléculas de agente tensoativo no domínio interlamelar da amostra original (figura 2). Em adição, devido à alta porosidade, é possível que este compósito apresente uma boa capacidade de

inserção de íons e também propriedades características para sua utilização como catalisador em reações de oxidação.

As reações de oxidação do (z)-cicloocteno e do ciclohexano foram feitas em meio de acetonitrila, utilizando-se 3 mg de catalisador, em razão molar 1 : 1000: 2000 (catalisador : oxidante : substrato). O ácido *meta*-cloroperbenzóico foi utilizado como oxidante. As reações foram analisadas por CG-FID após 24 de reação. A oxidação do (z)-cicloocteno apresentou conversão de 70% após 24 horas, gerando a formação do ciclooctenóxido, enquanto que a reação de oxidação do ciclohexano apresentou conversão de apenas 2% para o ciclohexanol após 24 h de reação e não houve formação de ciclohexanona.

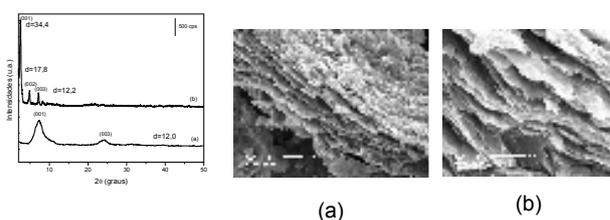


Figura 1: DRX das amostras (a) V_2O_5/WO_3 e (b) V_2O_5/WO_3 /meso. **Figura 2:** MEV da amostra V_2O_5/WO_3 /meso (a) 1000x e (b) 3500x.

Conclusões

A partir dos estudos realizados neste período pode-se afirmar que materiais foram obtidos por uma rota sintética simples empregando processo sol-gel em meio aquoso. Este método mostrou-se eficiente na obtenção do pentóxido de vanádio e óxido de tungstênio mesoporosos sem perda da estrutura lamelar. Além disto, este material apresentou um comportamento catalítico favorável em reações de oxidação do cicloocteno.

Agradecimentos

CAPES e CNPq

¹ Chao, Z. S.; e Ruckenstein, E.; *Chemistry of Materials*, **2002**, 14, 4611.

² Weckhuysen, B. M.; Keller, D. E.; *Catal. Today*, **2003**, 78, 25.

³ Widera, J.; Palys, B.; Bukowska, J.; Jackowska, K.; *Synth. Metals*, **1998**, 94, 265.