

Influência da fonte de sílica e do tratamento hidrotérmico na síntese de Ni-MCM-41

Lohaine Quinalha de Souza¹ (IC), Ângela Albuquerque Teixeira Neto¹ (PQ)*.

¹ Centro de Ciências Naturais e Humanas UFABC - Rua Santa Adélia, 166; Santo André – SP.

angela.neto@ufabc.edu.br

Palavras Chave: Catalisador heterogêneo, peneiras moleculares mesoporosas, níquel.

Introdução

As peneiras moleculares mesoporosas constituem um exemplo importante de suportes para espécies metálicas catalíticas sendo, em geral, sólidos com características ácidas. Elas constituem uma família de materiais porosos que possuem elevada capacidade de troca iônica e adsorção e permitem a difusão seletiva de moléculas em seu interior.¹

O MCM-41 é uma peneira molecular mesoporosa que apresenta um sistema de poros com canais bidimensionais em arranjo hexagonal com tamanho e forma bem definidos e área superficial superior a 700 m²/g.² A incorporação de metais de transição na rede de sílica ou no interior dos poros é um importante meio para a preparação de catalisadores heterogêneos bastante seletivos.

Esse trabalho visa a incorporação de átomos de níquel na peneira molecular MCM-41 pelo método em síntese ("one pot"), para uso futuro como catalisador de hidrogenação.

Resultados e Discussão

Os materiais sólidos obtidos foram caracterizados por difração de raios X (Figura 1).

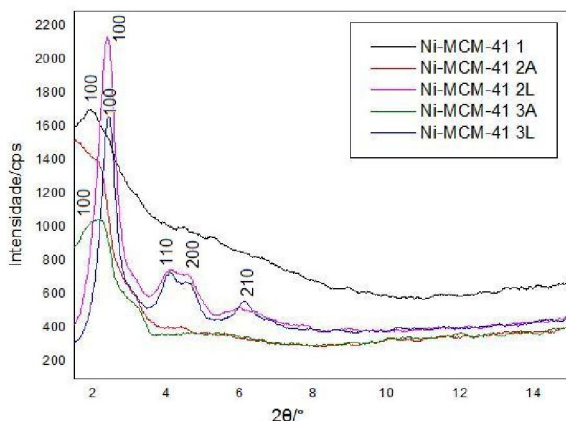


Figura 1. Difratogramas de raios X.

O procedimento para a síntese Ni-MCM-41 1 foi adaptada de Parvulescu e colaboradores³ que utilizaram silicato de sódio como precursor de sílica. As adaptações feitas foram o uso do sal Ni(NO₃)₂.6 H₂O ao invés de Ni(CH₃COO)₂.4H₂O e para ajustar o pH foi utilizado HNO₃ ao invés de H₂SO₄.

Pode-se observar nessa primeira síntese que o material obtido apresentou apenas um pico no difratograma de raios X, o que não caracteriza estrutura hexagonal. A síntese das amostras Ni-MCM-41 2A, 2L, 3A e 3L foi adaptada de Szegedi e colaboradores,⁴ que utilizaram o tetraetilortosilicato (TEOS) como precursor de sílica. A fonte de níquel usada no artigo é o sal NiCl₂.6 H₂O, mas foi utilizado nesse estudo o sal Ni(NO₃)₂.6 H₂O.

Na amostra Ni-MCM-41 2A não se pode observar a formação da estrutura hexagonal - ao contrário da Ni-MCM-41 2L que apresenta os quatro picos característicos da MCM-41 (100, 110, 200, 210). Acredita-se que o tratamento térmico realizado antes da lavagem na amostra Ni-MCM-41 2A tenha interferido para que não ocorresse a formação da estrutura, já que esse tratamento não foi realizado na amostra Ni-MCM-41 2L e houve a formação da estrutura hexagonal. As amostras Ni-MCM-41 3A e 3L foram preparadas de modo idêntico às 2A e 2L, mas o TEOS foi gotejado de maneira lenta. Para a amostra 3A observou-se a formação de apenas um pico o que caracteriza apenas tubos desorganizados; já a amostra 3L apresentou os quatro picos característicos da fase hexagonal.

Conclusões

Não foi possível sintetizar o Ni-MCM-41 partindo-se de silicato de sódio como fonte de sílica neste trabalho. Utilizando-se TEOS foi possível obter a fase hexagonal, mas apenas quando não se submeteu o gel de síntese a tratamento hidrotérmico. Obteve-se melhor organização da fase hexagonal quando foi feito gotejamento lento do TEOS.

Agradecimentos

Nós somos gratas pelo apoio financeiro da UFABC e a todas as outras pessoas que auxiliaram nesse projeto.

¹ Kresge, C. T.; Leonowicz, M. E.; Roth, W. J.; Vartuli, J. C.; Beck, J. S.; *Nature* **1992**, 359, 710.

² Sheldon, R. A.; *Catal. Commun.* **200**, 3352.

³ Parvulescu, V.; Su, B.L.; *Catal. Today* **2001**, 107, 315.

⁴ Szegedi; Popova, M.; Mavrodinova, V.; Urbán, M.; Kiricsi, I.; Minchev, C.; *Microp. and Mesop. Mat* **2007**, 99, 149.