

## Nanopartícula de níquel suportada em sólido magnético para aplicação em catálise.

Natália J. S. Costa<sup>\*(a)</sup> (PG), Liane Marcia Rossi<sup>(a)</sup> (PQ), Renato Jardim<sup>(b)</sup> (PQ)

(a) Universidade de São Paulo, Instituto de Química, São Paulo, SP, Brasil. (natalia.jesus.costa@usp.br)

(b) Universidade de São Paulo, Instituto de Física, São Paulo, SP, Brasil.

Palavras Chave: hidrogenação, nanocatalisador, níquel, separação magnética.

### Introdução

Nanopartículas metálicas suportadas em sólidos magnéticos para aplicação em catálise é um assunto bastante explorado na literatura nos últimos anos devido à facilidade de separação do catalisador e à singular performance catalítica<sup>1</sup>. Nanopartículas suportadas de Pd, Pt, Ni, Rh, tem sido exploradas em reações de hidrogenação de olefinas demonstrando atividades catalíticas interessantes que variam com o suporte utilizado assim como o tamanho da nanopartícula<sup>1</sup>. Neste trabalho é proposto a síntese de nanopartículas de níquel suportadas em nanopartículas magnéticas revestidas com sílica e funcionalizadas com grupos amino. Utilizou-se como precursor das nanopartículas de níquel, o complexo organometálico [bis(1,5-ciclooctadieno)níquel(0)] (Ni(COD)<sub>2</sub>).

### Resultados e Discussão

A síntese do catalisador envolveu dois passos:

1º) preparo do suporte funcionalizado com -NH<sub>2</sub> (FFSiNH<sub>2</sub>), já descrito na literatura.<sup>2</sup>

2º) deposição do metal no suporte submetendo o suporte a uma solução 5 mg/mL de Ni(COD)<sub>2</sub> em cicloexeno à 6 atm de H<sub>2</sub> e 75°C. (FFSiNH<sub>2</sub>Ni)

A porcentagem de metal no sólido final foi de 1,92 % de Ni. O catalisador foi caracterizado por microscopia eletrônica de transmissão (MET), DRX, e SQUID. Através dessas técnicas foi possível comprovar a presença de níquel no suporte na forma de Ni nanoparticulado. No entanto as nanopartículas do metal apresentaram se agregadas. (figura 1(a)).

A atividade catalítica do sólido preparado foi estudada na hidrogenação do cicloexeno como reação modelo. O metal não suportado obtido utilizando apenas o precursor Ni(COD)<sub>2</sub> nas mesmas condições de preparo do catalisador suportado também teve sua atividade catalítica estudada. O catalisador foi separado magneticamente, seco a vácuo e reutilizado com novas adições de substrato. O sólido obtido utilizando apenas o precursor metálico também foi separado magneticamente devido às propriedades magnéticas do níquel.

Como resultado os catalisadores FFSiNH<sub>2</sub>Ni e o Ni não suportado apresentaram TOF de 705 e 434 respectivamente. Valores de TOF nessa ordem de grandeza para essas condições reacionais ainda não foram relatados na literatura para catalisadores de Ni. No reuso (figura 1(b)) o catalisador não suportado perdeu sua atividade no 6º reuso enquanto o catalisador suportado teve atividade até o 8º uso. No entanto é observada uma queda brusca da atividade do catalisador FFSiNH<sub>2</sub>Ni após o primeiro uso. Esta queda de atividade pode estar relacionada à sinterização dos monodomínios de níquel, diminuindo a área superficial do metal. Outro fator importante observado foi que o Ni não suportado lixiviou para a solução (13,8 ppm) enquanto para o catalisador FFSiNH<sub>2</sub>Ni o Ni lixiviado não foi detectável (<0,01 ppm), o que comprova a necessidade do uso do suporte.

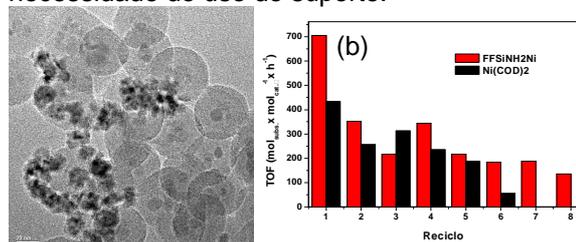


Figura 1. (a) Imagem MET do catalisador FFSiNH<sub>2</sub>Ni. (b) Reuso do catalisador suportado e não suportado na hidrogenação do cicloexeno à 6atm de H<sub>2</sub> e 75°C.

### Conclusões

Neste trabalho foi sintetizado um nanocatalisador de níquel suportado com um ótimo desempenho catalítico na reação de hidrogenação do cicloexeno. Embora o catalisador perca considerável atividade após o primeiro uso, sua atividade se mantém ainda consideravelmente boa até 8º uso. A presença do suporte evita a lixiviação do metal para o produto final.

### Agradecimentos

Agradecemos a CNPq e a FAPESP pelo apoio financeiro e à CAPES pela bolsa concedida.

<sup>1</sup> Campelo, J. M.; Luna, D.; Luque R.; Marinas, J. M.; Romero, A. A. *CHEMSUSCHEM*. 2009, 2, 18.

<sup>2</sup> Jacinto, M. J.; Kiyohara, P. K.; Masunaga, S. H.; Jardim, R. F.; Rossi, L. M. *Appl. Catal. A, Gen.*, 2008, 338, 52.