

Perfil de redução de compostos de sílica-Co₃O₄ obtidos a partir de diferentes precursores de cobalto.

Gustavo Amorim Santos^{*1} (PG), Thiago de Melo Lima¹(IC), Patrícia P. Confessori Satoratto¹ (PQ).

* gustavoamosan@hotmail.com

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

Palavras Chave: óxido de cobalto, sílica, redução termoprogramada.

Introdução

Vários estudos têm sido publicados indicando que os materiais compósitos a base de óxido de cobalto e sílica têm suas propriedades modificadas de acordo com a metodologia de preparação¹. Assim, o desenvolvimento de novas metodologias de síntese que modifiquem propriedades diversas é de grande interesse. Uma propriedade muito importante, particularmente para aplicações na área de catálise, é a interação entre a fase ativa e o suporte.

Neste trabalho, apresentamos a preparação de materiais, constituídos de Co₃O₄ e sílica utilizando-se diferentes precursores de cobalto. As fases cristalinas e diâmetro dos cristalitos foram avaliados por difração de raios-X. O perfil de redução dos compostos foi avaliado pela técnica de redução termoprogramada.

Resultados e Discussão

Inicialmente preparou-se uma dispersão coloidal aquosa de nanopartículas de Co(OH)₂ (d_{DRX}=9 nm) a partir da precipitação de íons Co²⁺ em meio aquoso alcalino. O precursor sol-gel de sílica consistiu de uma mistura de TEOS, etanol, água e amônia, a qual foi aquecida a 50 °C por 3 horas. Após este período, o etanol foi evaporado enquanto que o volume total da mistura foi mantido constante pela adição de água ao sistema. O pH do sol de sílica foi ajustado para 7 e, em seguida, adicionou-se a dispersão de partículas de Co(OH)₂ sob agitação. O sol obtido foi mantido em repouso a 70 °C por 24 horas para formação do gel, o qual foi então calcinado a 700 °C por 2 horas, resultando no compósito SiCo-OH de nanopartículas de Co₃O₄ (12 nm) suportadas em sílica. Uma outra preparação foi feita por metodologia similar à descrita anteriormente, mas utilizando-se solução de nitrato de cobalto como precursor das nanopartículas de Co₃O₄ (17 nm).

A curva de TPR para o material SiCo-S (figura 1) apresenta bandas de redução entre 200 °C e 400 °C, as quais estão associadas ao processo de redução do Co₃O₄ suportado em sílica em duas etapas: Co₃O₄ → CoO → Co, bem como bandas com máximos em temperaturas superiores, de até 900 °C, indicando forte interação cobalto-sílica. O consumo de hidrogênio para este material foi aproximadamente a metade do valor teórico,

33^a Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

evidenciando que o material SiCo-S contém ortosilicatos de cobalto não redutíveis nas condições utilizadas.

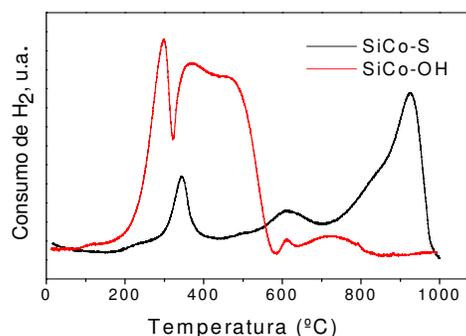


Figura 1. Perfil de redução termoprogramada dos materiais SiCo-OH (8,4% Co) e SiCo-S (9,5% Co).

O perfil de redução do material SiCo-OH é distinto, podendo-se observar as bandas do processo de redução de Co₃O₄ → CoO → Co, além de uma banda entre 496 °C e 578 °C que pode ser atribuída à redução dos cristalitos de Co₃O₄ de maior tamanho ou de espécies de Co³⁺ tendo uma interação intermediária com a sílica. O consumo de hidrogênio foi de 75% do valor teórico. A existência de bandas com baixo consumo de hidrogênio (5%) entre 600 °C e 800 °C pode indicar também a presença de quantidade pequena de ortosilicatos de cobalto.

Os materiais obtidos foram também caracterizados por medidas de adsorção/desorção de nitrogênio e espectroscopia de infravermelho.

Conclusões

Foram preparados dois compostos a base de óxido de cobalto e sílica que apresentaram interações cobalto-sílica diferentes em função do precursor do metal utilizado na síntese. A incorporação de nanopartículas de hidróxido de cobalto previamente preparadas no sol de sílica resultou em um material compósito de mais fácil redução do que a incorporação de nitrato de cobalto.

Agradecimentos

FINEP, CAPES-Procad, LabCat-UFSCar, Funape

¹Puskas, I. et al. Applied Catalysis A: General. **2006**, 311, 146.