

## Síntese e propriedades estruturais de $\text{La}_2\text{O}_3$ mesoporoso ordenado

Tássia Hanashiro (IC), Tereza S. Martins (PQ)\*

Laboratório de Materiais Híbridos (LMH), Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP). R. Napoleão de Barros, 598, Vila Clementino, São Paulo, SP. \*[tsmartins@unifesp.br](mailto:tsmartins@unifesp.br)

Palavras Chave: lantanídeos, óxido de lantânio, nanoporos, síntese, caracterização.

### Introdução

Nos últimos anos, óxidos nanoestruturados, com mesoporos que variam de 2 a 50 nm de diâmetro têm sido amplamente estudados em virtude de suas propriedades diferenciadas, como altas áreas superficiais, boa estabilidade térmica e química e excelentes propriedades catalíticas quando comparados aos materiais *in bulk*<sup>1</sup>.

Diversos métodos de sínteses têm sido empregados para preparar óxidos metálicos nanoestruturados, dentre eles, o método conhecido como *hard template* (HT), que emprega sílicas mesoporosas ordenadas (SMO) ou nanotubos de carbono como direcionadores de estrutura (*template*)<sup>1</sup>.

Neste trabalho óxido de lantânio nanoestruturado foi preparado pelo método HT empregando como *template* a SMO conhecida como SBA-15 de estrutura bidimensional hexagonal. O objetivo é a obtenção do  $\text{La}_2\text{O}_3$  nanoestruturado ( $\text{La}_2\text{O}_3\text{MO}$ ), com elevada área superficial, cristalinidade e boas propriedades morfológicas para aplicação como catalisador heterogêneo em processos oxidativos avançados (POA). Estudos realizados por nosso grupo de pesquisa<sup>2</sup> demonstraram que óxidos de lantanídeos são muitos promissores como catalisadores heterogêneos, em especial, no processo de ozonização catalítica.

### Resultados e Discussão

Para obtenção do  $\text{La}_2\text{O}_3\text{MO}$  foram empregados dois precursores (nitrato e cloreto) de  $\text{La}_2\text{O}_3$  nas seguintes proporções molares de  $\text{SiO}_2:\text{La}_2\text{O}_3$ : 2; 1; 0,67 e 0,5. As sínteses foram realizadas como descrito a seguir: à SBA-15 ativada a 200 °C e suspensa em etanol foi adicionado o precursor do  $\text{La}_2\text{O}_3$  solubilizado em água (cloreto) e etanol (nittrato). O sistema foi mantido sob agitação por 24 h e em seguida aquecido em banho-maria para evaporação do solvente e calcinação a 350 °C. A este material obtido a 350 °C, suspenso em etanol, foi adicionado mais precursor metálico (50% da massa empregada na primeira etapa), prosseguindo de forma similar a já descrita até a calcinação (500 ou 600 °C). O  $\text{La}_2\text{O}_3\text{MO}$ , obtido desta forma, foi suspenso em uma solução de NaOH (2 mol L<sup>-1</sup>) e mantido sob agitação por 24 h para eliminação do *template*. Este procedimento foi repetido mais uma vez com o objetivo de eliminar toda a SBA-15.

As propriedades estruturais dos materiais obtidos foram estudadas a partir das técnicas de espalhamento de raios X a baixo ângulo (SAXS), isotermas de adsorção/dessorção de nitrogênio (NAI) e difração de raios X método do pó (XRD).

Os dados de SAXS mostram que os materiais obtidos apresentam estrutura bidimensional hexagonal, similar à do *template* empregado (SBA-15). Todavia, observa-se um colapso parcial da estrutura do  $\text{La}_2\text{O}_3\text{MO}$  quando este é preparado na proporção  $\text{SiO}_2:\text{La}_2\text{O}_3$  igual a 2 e calcinado a 600 °C. Verifica-se também, tanto pelos dados de SAXS quanto pelos dados de NAI, que a medida que diminui a proporção de  $\text{SiO}_2:\text{La}_2\text{O}_3$  melhora as propriedades estruturais.

Os materiais apresentam áreas superficiais muito elevadas (variando de 270-300 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup> e 100-250 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup> para amostras calcinadas a 500 e 600 °C, respectivamente), quando comparadas às áreas superficiais do óxido de lantânio comercial ou obtido por métodos convencionais (em torno de 10 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>). As amostras calcinadas a 500 °C, apesar de apresentarem áreas superficiais altas, são poucas cristalinas.

### Conclusões

Os materiais sintetizados empregando os dois precursores de lantânio apresentam áreas superficiais elevadas, sendo muito promissores como catalisadores heterogêneos para ozonização catalítica. No entanto, os dados de SAXS e NAI revelam que os materiais obtidos com o precursor  $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  apresentam melhores propriedades estruturais e áreas superficiais mais altas. Observa-se também que a medida que aumenta a temperatura de calcinação melhor é a cristalinidade do material porém, a área superficial diminui.

### Agradecimentos

Ao Grupo de Pesquisa em Química Verde e Ambiental (GPQVA/IQ/USP) e ao Grupo de Cristalografia (IF/USP) pelas medidas de NAI e SAXS, respectivamente e ao CNPq (Projeto: 577315/2008-0).

<sup>1</sup> Zhang, L.; Yu, C.; Gao, J.; Chen, H.; Shi, J. *J. Mater. Sci.* **2008**, *43*, 7184.

<sup>2</sup> Soeira, L. S.; Martins, T.S.; Freire, R.S. *Encontro sobre aplicações ambientais de processos oxidativos avançados (VEPOA)*, **2009**, Livro de Resumo, EPOA28 e EPOA80.