

Otimização da síntese e caracterização de um suporte catalítico magnético após tratamento térmico

Lucas L. R. Vono^{1*}(PG), Camila C. Damasceno¹(IC), Fernando B. Effenberger¹(PG), Natália J. S. Costa¹(PG), Renato F. Jardim²(PQ) e Liane M. Rossi¹(PQ)

¹ Instituto de Química, Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, Brasil

² Instituto de Física, Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, Brasil

lucas.vono@usp.br

Palavras Chave: *partículas magnéticas, sílica, magnetita*

Introdução

Nanomateriais magnéticos têm despertado interesse como suportes catalíticos, permitindo o uso de um campo magnético como ferramenta para separação e recuperação de catalisadores imobilizados nesses sólidos.¹ O óxido de ferro magnetita (Fe_3O_4) tem recebido atenção, pois apresenta elevada magnetização de saturação e comportamento superparamagnético. O revestimento de nanopartículas magnéticas com óxidos comumente empregados como suportes catalíticos, por exemplo, sílica, alumina, céria, etc., viabiliza a preparação de suportes catalíticos com propriedades magnéticas. Esse trabalho visa otimizar a síntese e caracterizar um material contendo nanopartículas magnéticas revestidas com sílica submetido a tratamento térmico.

Resultados e Discussão

O suporte magnético estudado nesse trabalho consiste de nanoesferas de sílica contendo núcleos de magnetita (FFSi). O revestimento dos núcleos magnéticos foi realizado em uma microemulsão reversa como descrito previamente.² A influência do tempo de reação no tamanho e dispersão do suporte magnético foi estudada recolhendo-se alíquotas com tempos de reação de 2, 6, 12, 24 e 48 horas. As amostras foram analisadas por microscopia eletrônica de transmissão (MET), demonstrando que houve uma dependência do tamanho da camada de sílica formada com o tempo de reação, sendo mais significativo no período de 2 a 24 horas. Uma camada de sílica uniforme de aproximadamente 10 nm é formada após 6 horas de reação.

A análise termogravimétrica do sólido preparado em 6 horas realizada entre 50 e 800 °C apresentou uma perda de 36,3% de massa no intervalo de 200 a 500 °C, a qual pode ser atribuída à presença de resíduos de surfactante e ácido oléico utilizados durante a síntese. O material foi calcinado a 500 °C, já que não há variação de massa com temperaturas superiores.

O processo de calcinação não provoca aglomeração nem variação da morfologia do material, como

comprovado por MET dos sólidos antes e após calcinação (figura 1).

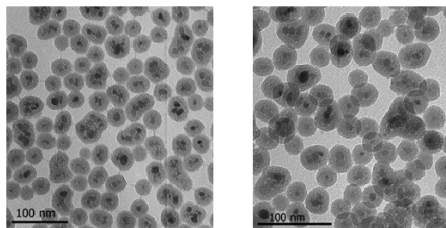


Figura 1. Micrografia obtida por MET das amostras FFSi6h (esquerda) e FFSi6h-calcinado (direita).

O percentual de ferro, determinado por ICP OES, para o material não calcinado foi de 5,8 % em massa e para o material após calcinação 9,1 %, sendo esse resultado condizente com a variação de massa observada por TG.

A análise por BET revela uma área superficial cerca de 6 vezes maior para o material calcinado ($111 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$), quando comparado ao mesmo material sem calcinação ($18 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$). Esse ganho de área superficial deve estar relacionado com a perda de massa orgânica e pode ser relevante para o aumento da qualidade desse material como suporte catalítico.

A análise das propriedades magnéticas demonstra que os materiais antes e após a calcinação apresentam comportamento superparamagnético com elevada magnetização de saturação, respectivamente, 434 e 377 emu cm^{-3} .

Conclusões

Foi possível estudar a síntese e determinar as condições ideais para calcinação de nanopartículas revestidas por sílica sem alterar muito suas propriedades magnéticas, além de incrementar a área superficial, o que aumenta o potencial do material como suporte catalítico.

Agradecimentos

FAPESP, CNPq e INCT Catálise

1 – Shylesh, S; Schünemann e Thiel, WR *Angew. Chem. Int. Ed.* **2010**, 49, 3428.

2 – Jacinto, MJ; Kiyohara, PK; Masunaga, SH; Jardim, RF e Rossi, LM *Appl. Catal. A*, **2008**, 338, 52.