

Determinação de tempos de relaxação longitudinal em HPW suportado em MCM-41

Paulo F. Bertotti^{1,2}(IC)*, Patrícia R. Sobral¹ (PG), José A. Dias^{1,2} (PQ) e Claudia J. Nascimento² (PQ)

¹Laboratório de Catálise e ²Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear, Instituto de Química, Universidade de Brasília, C.P. 4478, 70904-970, Brasília, DF, Brasil

* e-mail: fb.paulo@gmail.com

Palavras Chave: ³¹P solid-state NMR, T1, 12-tungstophosphoric acid.

Introdução

A obtenção de valores de tempos de relaxação longitudinal (T1) obtidos por RMN tem encontrado aplicação em estudos estruturais diversos, uma vez que seus valores estão diretamente relacionados à mobilidade molecular e ao ambiente químico em que se encontram os núcleos em observação.

O comportamento de T1 é muito eficaz para o estudo de interações entre adsorbatos e também para estudos sobre dispersão em diferentes materiais¹. Essa aplicação tem se estendido à elucidação de estruturas catalíticas, que inclui o caso de heteropolíácidos (HPAs)¹⁻³.

O ácido 12-tungstofosfórico (H₃PW₁₂O₄₀ ou HPW) é considerado o HPA mais forte, e por isso tem sido largamente estudado, sendo suportado em diferentes sólidos para aumentar sua área superficial, fator importante na catálise^{4,5}.

Com o objetivo de melhorar as propriedades dos catalisadores, pretende-se fazer um estudo da dispersão do HPW sobre um suporte de sílica mesoporosa (MCM-41) através das medidas de T1.

Resultados e Discussão

As amostras foram caracterizadas por FTIR e MAS-RMN de ³¹P, para identificar se a estrutura de Keggin estava intacta na superfície da MCM-41 (figura 1).

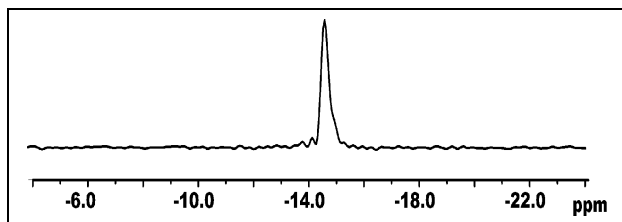


Figura 1. Espectro de MAS-RMN de ³¹P de 60% HPW/MCM-41.

Os resultados obtidos para a MCM-41 (pico em 15 ppm) como suporte estão expostos na tabela 1.

Tabela 1. Valores de T1 para diferentes teores de HPW suportados em MCM-41.

Teor de HPW na MCM-41 (%)	T1 (s)	Erro
60	11,03	0,29
40	6,62	0,19
30	5,80	0,12
20	4,23	0,36

Os dados na tabela 1 mostram uma tendência decrescente do T1 em relação a diminuição do teor de HPW no suporte. Isso concorda com resultados encontrados na literatura para suportes diferentes da MCM-41 e para catalisadores diferentes do HPW, em que menores valores de T1 têm sido relacionados a uma melhor dispersão do catalisador no suporte.¹⁻³

Conclusões

A partir desses resultados pode-se afirmar que os menores tempos de relaxação observados podem ser associados ao fato de o HPW estar melhor distribuído sobre a superfície da MCM-41, mostrando uma maior interação com o suporte, o que leva a uma diminuição no valor de T1.

Agradecimentos

Os autores do trabalho agradecem a UnB/IQ/DPP, CNPq, FINEP, FAPDF, FINATEC pelo auxílio na realização deste trabalho.

¹ Thouvenot, R.; Rocchiccioli-Deltcheff, C.; Fournier, M.; *J. Chem. Soc. Chem. Comm.* **1991**, 19, 1352-1354.

² Blasco T.; Corma A.; Martínez A.; Martínez-Escolano P.; *J. Catal.* **1998**, 177, 306-313.

³ Zhu K.; Hu J.; She X.; Liu J.; Nie Z.; Wang Y.; Peden, C. H. F.; Kwak J. H.; *J. Am. Chem. Soc.* **2009**, 131, 9715-9721.

⁴ Kozhevnikov, I. V.; *Chem. Rev.* **1998**, 98, 171-198.

⁵ Dias J.A.; Caliman E.; Dias S.C.L.; Paulo M.; de Souza A.T.C.P., *Catal. Today* **2003**, 85, 39-48.