

Caracterização morfológica e estrutural do material compósito sílica/NiFe₂O₄

Elis Cristina C. Gomes¹ (TC)*, Antônio Cesar H. Barreto¹ (PG), André Luiz M. Camelo¹ (IC), Luis Carlos P. Alves¹ (PG), Adriano F. de Sousa (PG)²; Pedro Hermano M. de Vasconcelos¹ (PG), Pierre Basílio A. Fechine² (PQ), Elisane Longhinotti² (PQ).

¹Programa de Pós-Graduação em Química Universidade Federal do Ceará - Cx Postal 12200, Cep 60455-960

²Departamento de Química Analítica e Físico-Química – Universidade Federal do Ceará – Fortaleza-CE
Fortaleza, CE elisccg@hotmail.com*

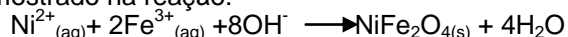
Palavras Chave: Sílica, Ferrita de Níquel

Introdução

Materiais modificados com metais de transição (Cu, Ni, Fe, Co, etc.) tem sido utilizados com eficiência em processos de dessulfurização, devido a esses metais serem capazes de capturar seletivamente compostos como tióis, tiofenos e benzotiofenos^{1,2}. Entre uma série de suportes conhecidos, a sílica é amplamente utilizada, devido a apresentar propriedades desejáveis como elevada área superficial, resistência mecânica e térmica³. Na tentativa de unir as vantagens dos materiais porosos de sílica e das Ferritas de Níquel como: afinidade por compostos sulfurados e elevada área superficial específica este trabalho se propõe a sintetizar materiais compósitos a base de sílica e Ferrita de níquel para aplicação em processos de dessulfurização adsortiva.

Resultados e Discussão

A síntese da ferrita de níquel foi realizada a partir da coprecipitação dos íons Fe(III) em meio alcalino substituindo-se os íons Fe(II) por íons de Ni²⁺. Como mostrado na reação:



Para a formação das esferas compósitas de sílica/NiFe₂O₄ foi preparada uma mistura contendo 10mL de uma solução de quitosana 3%, 50mg de Ferrita de níquel, 3 mL (13,44 mmol) de tetraetilortosilicato (TEOS), utilizado como precursor da sílica e 8 mL de etanol, deixando-se sob agitação vigorosa por 4 horas. A mistura resultante foi gotejada em uma solução aquosa de hidróxido de amônio, precipitando assim pequenas esferas, que posteriormente foram separadas da solução de hidróxido de amônio, lavadas com água destilada e postas para secar a temperatura ambiente por 48 horas. As esferas obtidas foram calcinadas a fim de remover toda a matéria orgânica do material. A verificação da morfologia das esferas de sílica foi obtida através da aplicação da técnica de microscopia eletrônica de varredura.

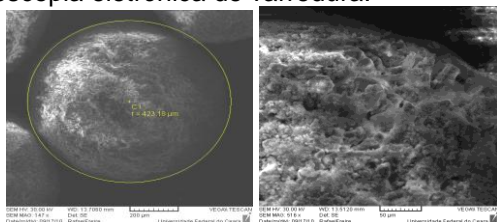


Figura 1. Micrografias do compósito Sílica /NiFe₂O₄.

A análise de MEV possibilitou visualizar a forma e estimar o tamanho do diâmetro médio das esferas, que foi de aproximadamente 1mm. Na micrografia mostrada na figura 1 observa-se que os poros apresentam-se com formato irregular, comparando-se a microvilosidades. A análise de porosidade do material apresentou um perfil de isoterma do tipo IV, característico de sólidos mesoporosos segundo a classificação da IUPAC. Com diâmetro médio de poros de 56,15Å e área superficial específica de 318,8 m²/g. No espectro vibracional na região do infravermelho do compósito sílica/NiFe₂O₄ observa-se uma banda intensa em ~ 1200 cm⁻¹ atribuída ao ν_{as} Si-O-Si, uma absorção em 920 cm⁻¹ atribuída ao ν_{sim} Si-O-Si e uma banda em 587 cm⁻¹ proveniente ao ν Fe-O. O resultado de espectroscopia mössbauer, figura 2, mostrou um dublete referente a nanopartícula de Ni (linha azul), o que revela um comportamento superparamagnético deste material e indica que as partículas estão com tamanho de grão inferior a 10 nm.

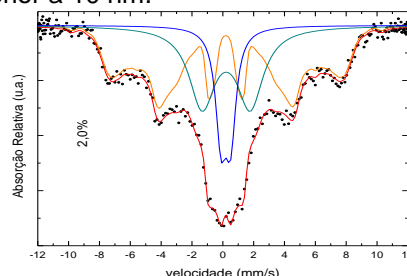


Figura 2. Espectro mössbauer do ⁵⁷Fe para o compósito Sílica/NiFe₂O₄.

Conclusões

Os resultados de caracterização do compósito sílica/NiFe₂O₄ apresentados demonstraram que o material apresenta-se mesoporoso com elevada área superficial e comportamento superparamagnético, tendo potencial aplicação em procedimentos de dessulfurização adsortiva.

Agradecimentos

Agradecimento ao CNPq pelo apoio científico.

¹Huang, H. Y.; Padin, J.; Yang, R. T.; J. Phys. Chem. B; 103; 3206; 1999.

²Rege, S. U.; Padin, J.; Yang, R.T.; Aiche Journal, 799-809, 1998.

³Sales, J.A.A.; Airolid, C.; Termochimica Acta, 427, 77, 2005.