

Obtenção de catalisador nanoestruturado utilizando óxido de ferro suportado em resíduo de cerâmica vermelha

Obtaining nanostructured catalyst using iron oxide supported in red ceramic waste

Fabiele Schaefer Rodrigues¹, Marcela Trojahn Nunes² e Jocenir Boita³

¹Acadêmica de Graduação do Curso de Engenharia Agrícola - UFSM, Cachoeira do Sul, Brasil
fabielesrodrigues@hotmail.com

²Acadêmica de Graduação do Curso de Engenharia Agrícola - UFSM, Cachoeira do Sul, Brasil
marcelatrojahn@gmail.com

³ Professor Orientador - UFSM, Cachoeira do Sul, Brasil
jocenir.boita@ufsm.br

Resumo

A utilização de nanopartículas na área da catálise tem sido objeto de estudo pela comunidade científica, devido à alta atividade catalítica que as nanopartículas possuem frente a algumas reações de interesse tecnológico. O objetivo deste trabalho é obter um catalisador nanoestruturado utilizando óxido de ferro suportado em resíduo de cerâmica vermelha (RCV), através de nanoestruturas sintetizadas pelo método hidrotérmico, medidas através medidas de absorção de Raios na região de XANES através do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS).

Palavras-chave: Nanomateriais; Catalisador; Óxido de ferro

Abstract

The use of nanoparticles in the field of catalysis has been the object of study by the scientific community, due to the high catalytic activity that the nanoparticles have in front of some reactions of technological interest. The objective of this work is to obtain a nanostructured catalyst using iron oxide supported on red ceramic residue (RCV), through nanostructures synthesized by the hydrothermal method, measured through the absorption of lightning in the XANES region through the National Laboratory of Synchrotron Light LNLS).

Keywords: Nanomaterials; Catalyst; Iron oxide

1 Introdução

A nanotecnologia encontra-se em constante crescimento, devido à possibilidade de desenvolvimento de novas tecnologias utilizando como base os nanomateriais e suas mais diversas aplicações.

Os materiais nanométricos apresentam grande área superficial e, por esta razão, estes materiais apresentam características muito interessantes que os distinguem dos materiais macroscópicos, como características ópticas, químicas, eletrônicas e catalíticas (QUINA, 2004).

A utilização de nanopartículas (NPs) na área da catálise tem sido objeto de estudo pela comunidade científica, devido à alta atividade catalítica que as nanopartículas possuem frente a algumas reações de interesse tecnológico (GUO *et al.*, 2012).

Catalisadores convencionais apresentam um elevado custo, devido à utilização de metais nobres para a sua fabricação. O desenvolvimento de catalisadores que utilizem metais mais acessíveis na sua formulação e, que ainda sim sejam eficientes, é uma importante possibilidade relacionada ao uso de nanopartículas.

“O uso de catalisador a base de ferro chama a atenção devido ao seu baixo custo, aliado com a flexibilidade de mudanças nas condições de operação, como temperatura e pressão.”(ESPINO, 2015)

Segundo LIU *et al.* (2015), as características de forma, tamanho, estrutura cristalina e morfologia das nanopartículas metálicas, são os mais importantes elementos utilizados para o controle das propriedades das nanopartículas metálicas nas distintas aplicações realizadas.

“A estrutura e as propriedades catalíticas dos catalisadores estão diretamente relacionadas com a quantidade de átomos presentes ao redor de um dado átomo na superfície. Assim, a forma, o tamanho e a morfologia das partículas metálicas são importantes variáveis que afetam o comportamento do catalisador e conseqüentemente a interação entre a superfície metálica e as moléculas adsorvidas.” (PIETRO, 2007).

Devido a instabilidade de nanopartículas metálicas, a sua aglomeração, pode ocasionar perda de atividade catalítica, deste modo, o uso de materiais de suporte nas aplicações em conjunto com nanopartículas metálicas evitam que ocorra a mobilização e a agregação destas nanopartículas, em especial quando o material suporte e as nanopartículas apresentarem fortes interações (ZHOU *et al.*, 2013).

Catalisadores heterogêneos são constituídos de nanopartículas cataliticamente ativas imersas em diferentes tipos de suporte. Os suportes exercem funções importantes no catalisador, como garantir a estabilidade, proteger as nanopartículas contra a sinterização e assegurar resistência mecânica (SATTERFIELD, 1980; ANDREW, 1981).

Deste modo, o objetivo deste trabalho é obter um catalisador nanoestruturado utilizando óxido de ferro suportado em resíduo de cerâmica vermelha (RCV), através de nanoestruturas sintetizadas pelo método hidrotérmico, medidas através de Espectroscopia de Absorção de Raios (DXAS).

2 Materiais e Métodos

2.1 Síntese das Nanopartículas

As Nanoestruturas foram elaboradas via rota hidrotérmica envolvendo a utilização de sais de ferro, em meio à agente estabilizante, encapsulador e redutor.

A síntese desenvolvida e utilizada para o processo de obtenção das nanoestruturas necessita da presença dos elementos citados na Tabela 1, bem como condições específicas de tempo e temperatura e tipo de solvente utilizado.

Tabela 1: Nanopartículas, tempo e temperatura e solvente utilizado na síntese.

Nanopartículas	Descrição	Tempo e Temperatura	Precursor	Solvente
Fe ₂ O ₃ / RCV	(***)	120 min, Amb	FeSO ₄ .7H ₂ O	H ₂ O (deionizada)

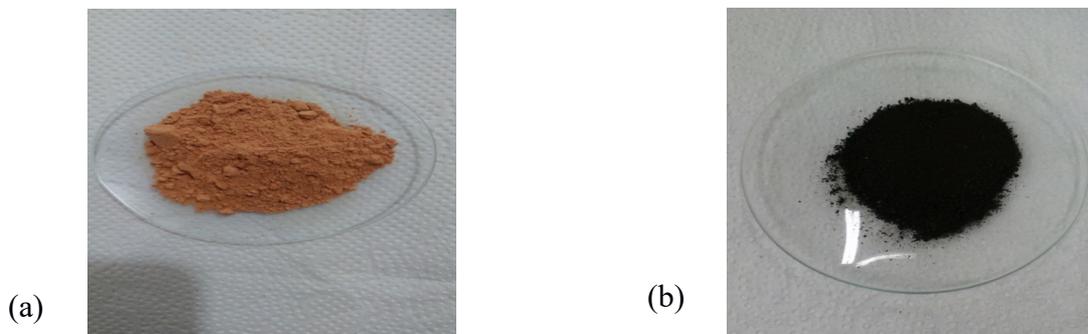
(*** Patente BR 102016006952-1)

RCV: Resíduo de Cerâmica Vermelha

A síntese das nanoestruturas de óxido de ferro, ocorre na forma coloidal, a coloração adquirida no início da síntese corresponde a um aspecto incolor, passando após cerca de 30 minutos para uma coloração escura tendendo a um preto. Após 120 minutos de reação, a solução coloidal estava completamente escura.

Posteriormente, a inserção de material suporte (RCV) na síntese de nanopartículas, foi realizado o tratamento térmico a 280 °C, gerando um pó com coloração escura, de acordo com a foto abaixo.

Figura 1- (a): RCV (b) : NPs/RCV, após tratamento térmico a 280 °C



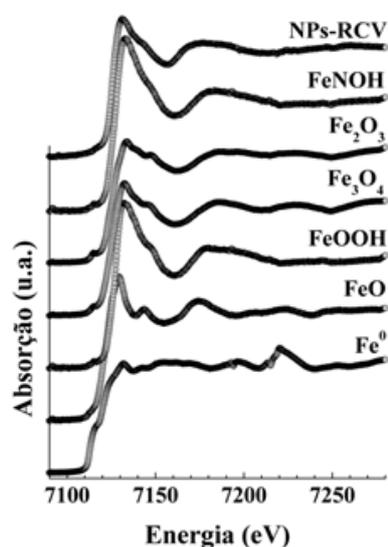
Para a utilização da técnica de caracterização DXAS, foi preciso uma pastilha com o pó das nanopartículas com 5mm de diâmetro, esta pastilha foi medida e comparada a padrões de óxidos de ferro, a fim de comparar com qual estrutura se assemelha.

3 Resultados e Discussões

A partir de resultados da região de XANES (Estrutura na proximidade da borda absorção dos raios-X), medida que fornece na ordem de curto alcance, o estado de oxidação e a ordem estrutural do composto que se está medindo. Os padrões medidos para comparação ao resultado adquirido, correspondem a Fe^0 , FeO , FeOOH , Fe_3O_4 , Fe_2O_3 e FeNOH . Através das comparações com os padrões mostrado na figura abaixo, temos uma mistura de FeOOH , Fe_2O_3 e Fe_3O_4 . Isso mostra que a estrutura formada corresponde a um óxido de ferro e que o suporte utilizado como resíduo interfere na medida de XANES, em que é possível notar que não se parece exatamente com quaisquer que seja o padrão de forma exata, e sim, uma modificação da estrutura em função da presença do ambiente químico correspondente ao SiO_2 .

Através das medidas de XANES dos padrões, é possível notar que não existe semelhança idêntica a nenhum padrão conhecido, mas uma mistura de Fe_2O_3 e Fe_3O_4 . A partir de 7150 eV é possível identificar um amortecimento nas oscilações da região de XANES, o que é característico de estrutura em escala nanométrica.

Figura 2 - Medidas de XANES do padrão de ferro metálico e seus óxidos.



4 Conclusão

Neste trabalho foi possível utilizar o resíduo de cerâmica vermelha para incorporar as NPs de óxido de ferro em fase parcial de Hematita e Goetita. Também foi possível fazer a associação do amortecimento nas oscilações com o tamanho da estrutura, que se mostrou na ordem de nanômetros. Este material é um forte candidato a medidas de DXAS *in situ* com resolução temporal e em meio a atmosferas oxidantes e redutoras, e poderá ser utilizada para realizar diversos tipos catálise.

Agradecimentos

Agradeço a bolsa FIT BIT 2017, PIBIC – CIÊNCIAS EXATAS E DA TERRA – 2018; Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq (Processo: 403838/2016-9); Laboratório Nacional de Luz Síncrotron – LNLS (Proposta: 20180199, 20160269 e 20150327).

Referências

ANDREW, S. P. S. Theory and Practice of the Formulation of Heterogeneous Catalysts, Chemical Engineering Science, 36; 1981. p. 1431-1445.

ESPINO, O. E. E. Estudo de nano partículas de ferro suportadas e não suportadas para a reação de Fischer Tropsch [dissertation]. Rio de Janeiro: Programa de Pós-Graduação em Química/ PUC-Rio; 2015. 103p.

GUO, X. et al. Journal of the American Chemical Society 134; 2012. 12350-12353.

JUNGES, A. Síntese de micro e nanopartículas de sílica e nanopartículas de paládio suportadas em sílica empregando CO₂ pressurizado [thesis]. Aracaju: Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos/ UNIT; 2016. 112p.

LIU, X.; TARN, J.; HUANGA, F.; FAN, J. Recent advances in inkjet printing synthesis of functional metal oxides, Particuology, 19; 2015. p. 1-13.

PRIETO, P. J. dos S. Nanopartículas de Pt suportadas em Al₂O₃ e CeO₂ - Al₂O₃. Síntese, caracterização e propriedades catalíticas para reforma do metano. [dissertation]. São Carlos: Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química/UFSCar; 2007. 82p.

QUINA, F. H. Nanotecnologia e o meio ambiente: perspectivas e riscos. Química Nova, São Paulo, v. 27, n. 6; 2004. p. 1028-1029.

SATTERFIELD, N. C. Heterogeneous Catalysis in Practice, Mc Graw Hill Book Company, 1980.