

102-035

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULA DE COBRE DISPERSA EM ALUMINA MESOPOROSA

Dutra-pereira, F.K.(1); Faccio, M.T.(1); Trajano, M.F.(1); Mello, V.S.(1); Guedes, A.E.D.S.(1); Barros, J.M.F.(2);

Universidade Federal do Rio Grande do Norte(1); UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE(2); Universidade Federal do Rio Grande do Norte(3); Universidade Federal do Rio Grande do Norte(4); Universidade Federal do Rio Grande do Norte(5); UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE(6);

No decorrer dos anos o desenvolvimento de materiais nanoestruturados ganhou grande impulso nas áreas de ciências dos materiais e da química do estado sólido. Alguns estudos que dizem respeito a eficiência catalítica de metais de transição, apontam um aumento dessa eficiência com a diminuição do tamanho de partícula, porém, quando partículas metálicas de tamanho reduzido são obtidas, a probabilidade de agregação dos grupos de átomos aumenta, principalmente sob tratamento térmico. Algumas publicações relacionam importantes estudos sobre a cinética e o mecanismo de formação de “nanoclusters” servindo como ferramenta para explicar várias propriedades, como: estabilidade física e química, propriedades catalíticas, magnéticas e tamanho de partículas. Os “clusters” têm interesses magnéticos que são usualmente formados de partículas metálicas magnéticas dispersas numa matriz não-magnética ou compostos de material magnético. Para a obtenção destes “clusters” destaca-se o método Pechini, sol-gel e deposição em fase vapor. Neste sentido, este trabalho tem como objetivo, suportar alumina mesoporosa com nanopartículas de cobre sintetizado pelo método Pechini. A solução metálica foi preparada usando uma proporção metal/ácido cítrico de 1/4 (razão molar). Para a obtenção da razão escolhida foi realizado cálculos estequiométricos para determinar a quantidade necessária do nitrato de cobre, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$. Após os cálculos, todos os reagentes foram misturados para corresponder a seguinte composição molar: $1:\text{Cu}(\text{NO}_3)_2:4\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7:16\text{C}_2\text{H}_4(\text{OH})_2:5\text{H}_2\text{O}$. Este sistema foi agitado por 60 minutos. Em seguida foi adicionada a matriz mesoporosa (alumina) e continuou-se a agitação até obter uma mistura homogênea. Após esse tempo, o gel formado foi conduzido a autoclaves de politetrafluoretileno encamisados por peças de aço inox, sendo conduzidos a uma estufa por 24h a 100°C . Decorrido este tempo, o material obtido foi resfriado a temperatura ambiente, filtrado a vácuo utilizando o funil de Büchner e lavado com uma solução 2% de ácido clorídrico e etanol para auxiliar a remoção de produtos orgânicos. A secagem do material foi feita em uma estufa a 60°C , durante 4hs. Posteriormente, o pó obtido foi caracterizado antes e após a calcinação, esta ocorreu a 1000°C durante 1h, a fim de promover cristalização da estrutura. A caracterização físico-química se deu via difração de raios X, verificando a média do tamanho de cristalito, calculado a partir da equação de Scherrer. O pó sintetizado foi submetido à análise química via fluorescência de raios X (FRX) por energia dispersiva, onde foram quantificadas as concentrações de Cu e Al presentes. A técnica de espectroscopia na região do infravermelho foi utilizada com os objetivos e identificar qualitativamente as frequências vibracionais e suas respectivas atribuições referentes aos grupos funcionais orgânicos e óxidos inorgânicos presentes nos pós e monitorar a eficiência do processo de calcinação na remoção do direcionador pelo desaparecimento dessas bandas. As medidas de magnetização (histerese) foi realizada à temperatura ambiente, obtido a curva através da técnica de magnetometria de amostra vibrante. A morfologia foi analisada por microscopia eletrônica de varredura acoplado a EDS. Os resultados dos difratogramas mostraram que o material possui picos estreitos e intensos, sugerindo elevada cristalinidade, pureza e uma fase amorfa devido à porosidade da alumina, através desta técnica o tamanho de partícula é em torno de 6nm. Através do FRX observa-se que a quantidade de cobre no material mesoporoso após a etapa de calcinação é menor do que a quantidade presente no gel de síntese, isto pode estar relacionado com algumas propriedades características do íon cobre, tais como: energia de ionização, diâmetro cinético, dentre outras. O FTIR apresentou bandas de absorção na faixa abaixo de 500 cm^{-1} característicos dos óxidos metálicos utilizados. As curvas magnéticas sugerem que o produto formado possui propriedades superparamagnéticas simples, identificadas pelas curvas de magnetização que são retas, esta propriedade também é confirmada através de uma pequena histerese observada em baixos valores de campo magnético. O estudo da morfologia através do MEV mostram partículas com forma alongada e observando pequenos fragmentos, uma tendência de forma arredondada, indicando a possibilidade dos cristais terem morfologia esférica típica da amostra à base de alumínio e cobre. Os resultados das diversas análises físico-químicas realizadas permitiu obter um material com excelente cristalinidade e amorfo. O pó mostrou que o processo de formação permite a distribuição com homogeneidade elevada dos átomos metálicos quelados em matriz mesoporosa inorgânica, no qual possui papel fundamental na estabilidade dos “clusters” metálicos obtidos. Sendo assim, este material pode ser utilizado como catalisador para reações de contra-reforma, oxidação de compostos orgânicos e agentes para geração de gás de síntese e produção de subs