

Ródio e Paládio incorporados em sílica pelo método sol-gel para aplicação em reações de hidrogenação

Caroline Pires Ruas^{1*} (PG), Daiane Kessler Fischer¹ (IC), e Marcos Alexandre Gelesky¹ (PQ).

¹Universidade Federal do Rio Grande (FURG), Escola de Química e Alimentos, Av. Itália, Km 8, CEP 96201-900 Rio Grande – RS, Brasil.

Palavras Chave: método sol-gel, catálise, hidrogenação.

Introdução

Metais de transição podem ser incorporados em sílica (SiO₂) pelo método sol-gel para serem utilizados em reações de hidrogenação de compostos insaturados.^{1,2} Dessa forma, nessas reações pode-se utilizar surfactantes que podem atuar como direcionadores de estrutura para formar a matriz de sílica e também para incorporar metais de transição.³

Neste trabalho, RhCl₃.3H₂O e Pd(acac)₂ foram incorporados em sílica pelo método sol-gel utilizando o surfactante Tween 20 seguido pela redução com H₂. Os materiais obtidos foram testados em reações de hidrogenação de compostos insaturados.

Resultados e Discussão

Para a síntese da sílica e incorporação dos sais metálicos foi utilizado agitador magnético com banho de silicone e controlador de temperatura. Em béquer a 50°C e agitação, foram adicionados o surfactante Tween 20 (1 g, 0,8 mmol), água (5 mL), etanol (5 mL) e RhCl₃.3H₂O (10 mg, 0,04 mmol) e/ou Pd(acac)₂ (10 mg, 0,03 mmol). A reação permaneceu agitando por dez minutos e em seguida adicionou-se o tetraetilortossilicato (TEOS) (2 mL, 9 mmol) seguido de HCl (1mL, solução 0,1 mol/L). (Figura 1) Deixou dez minutos em agitação e após foi deixado em repouso por 24 horas.

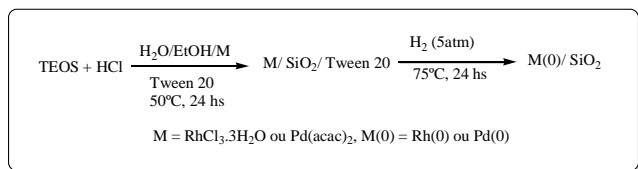


Figura 1. Esquema reacional para preparação dos catalisadores.

Os materiais obtidos Pd(acac)₂/SiO₂/Tween 20 (amarelo) foram RhCl₃.3H₂O/SiO₂/Tween 20 (vermelho) e submetidos a pressão de 5 atm de H₂ molecular em reator de aço inoxidável a 75°C durante 24 horas, obtendo-se ao final um pó escuro de Rh(0)/SiO₂ (0,3% de Rh) e Pd(0)/SiO₂ (0,2% de Pd). Em seguida, parte do material foi lavado e centrifugado com etanol para remoção do

surfactante e parte foi calcinada a 500 °C por 4 horas.

Os materiais foram caracterizados por IV, mostrando a formação da matriz de sílica pelo estiramento da ligação Si-O-Si em aproximadamente, 1100 cm⁻¹. No entanto, pode-se observar que após as lavagens havia a presença do surfactante o que não foi observado naqueles que foram calcinados.(Figura 2)

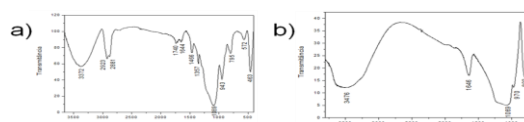


Figura 2. Espectro no Infravermelho dos materiais Rh(0)/SiO₂. a) Não calcinado e b) Calcinado.

O catalisador de Rh(0)/SiO₂ calcinado foi submetido a análise de BET obtendo uma área superficial de 403 m²/g, volume de poro de 0,3 cm³/g e tamanho de poro de 2,9 nm. Não foi possível realizar essa análise para os materiais não calcinados, pois o Tween 20 não foi removido da superfície da matriz.

Assim, esses materiais foram aplicados em reações de hidrogenação de compostos insaturados (hexeno e cicloexeno) a fim de avaliar a atividade catalítica. Os produtos dessas reações foram acompanhados por cromatografia gasosa.

Conclusões

Sendo assim, este método de preparação de sílica e incorporação de sais metálicos utilizando surfactante do tipo Tween 20 e posterior redução, pode representar uma nova metodologia para sintetizar materiais ativos para reação de hidrogenação de compostos insaturados.

Agradecimentos

LCSI-EQA/FURG, PPGQA, UFRGS, DECIT/SCTIE-MS-CNPq-FAPERGS-PRONEX-FAPERGS-CNPQ.

¹ Gelesky, M. A.; Chiaro, S. S. X.; Pavan, F. A.; Santos, J. H. Z.; Dupont, J. *Dalton Trans.* **2007**, 5549.

² Hubert, C.; Bile, É, E. G.; Denicourt-Nowicki, A.; Roucoux, A. *Green Chem.* **2011**, *13*, 1766.

³ Bernardes, A. A.; Bulhosa, M. C.; Gonçalves, F. F.; Montes D'oca, M.; Wolke, S. I. *Quim. Nova.* **2011**, *Vol. 34*, 1343.