

## SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE CATALISADORES DE NÍQUEL SUPORTADOS EM NANOTUBOS DE CARBONO

**Pedro O. F. Burgel, Camila E. Kozonoe, Martin Schmal, Claudio A. O.  
Nascimento, Rita M. B. Alves**

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo

pedrootavioferri@usp.br

### Objetivos

O objetivo deste trabalho, foi sintetizar catalisadores de níquel suportados na superfície externa de nanotubos de carbono de parede múltipla (MWCNT) para futuras aplicações na reação de reforma seca do metano (DRM). Ademais, as caracterizações físico-químicas do suporte e dos catalisadores também estavam no escopo da pesquisa.

### Métodos e Procedimentos

Foram produzidos catalisadores com teores de 10% e 20% (em massa) de Ni sobre o suporte que passou por funcionalização com ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ). A deposição seletiva externa do metal pôde ser alcançada, pautando-se nas diferenças de energia interfacial de soluções orgânicas e aquosas com o CNT [1]: o interior do nanotubo foi preenchido com etilenoglicol e, em seguida, molhou-se a superfície externa com solução aquosa de Ni (II). Os materiais sintetizados foram caracterizados por área superficial (BET), tamanho de poros (BJH), termogravimetria (TGA/DTA), difração de raios X (DRX), espectroscopia Raman e microscopia eletrônica de transmissão (TEM).

### Resultados

A análise por adsorção de  $\text{N}_2$  revelou áreas superficiais de 196,3 e 191,5  $\text{m}^2/\text{g}$  para os catalisadores com 10% e 20% de Ni, respectivamente. Com o auxílio da espectroscopia Raman, foi possível verificar a existência de uma interação metal-suporte, uma vez que a presença dos metais sobre o CNT é percebida como modificações nas folhas de grafite que formam os nanotubos. São defeitos estruturais que têm origem na

funcionalização com  $\text{HNO}_3$  e indicam a efetiva fixação do metal ao suporte. Ainda assim, foram identificadas as fases típicas das folhas de grafite em CNTs na análise DRX, assinalando que, após o tratamento ácido, redução e calcinação, a estrutura foi mantida. Por fim, as micrografias (TEM) exibem grande parte das partículas de Ni localizadas na parte externa dos CNT, consequência do canal interno ficar “protegido” pelo solvente orgânico, impedindo que a solução metálica flua para seu interior. A síntese apresentou relativa seletividade, observando-se algumas contaminações na parte interna do CNT.

### Conclusões

Os resultados demonstram a efetividade do método de deposição do metal sobre o CNT, sendo a escolha de solventes menos miscíveis uma possível melhoria na síntese do catalisador. Ademais, os catalisadores apresentaram elevada área superficial e forte interação metal-suporte. Por fim, a conservação da estrutura do CNT corrobora suas excelentes propriedades de estabilidade térmica e química.

### Agradecimentos

À FAPESP pelo apoio financeiro através da bolsa de iniciação científica (processo nº 2019/20738-0).

### Referências Bibliográficas

- [1] Tessonier, J. P. et al. Selective Deposition of Metal Nanoparticles Inside or Outside Multiwalled Carbon Nanotubes. *Am. Chem. Soc. Nano*, v. 8, p. 2081–2089, 2009.
- [2] Schmal, M. *Catálise Heterogênea*. Rio de Janeiro: Synergia, 2012.