

ESTUDO DA PREPARAÇÃO DE ÓXIDOS MISTOS DE ZIRCÔNIO

Catarina S. Gonçalves (IC), Sergio A. V. Morales (PG), William L. Anjos (PG), Gustavo P. Valença (PQ).

Resumo:

No presente trabalho é apresentada a preparação e caracterização dos óxidos ZrO_2 , $Al_2O_3-ZrO_2$, $MgO-ZrO_2$ e $Al_2O_3-MgO-ZrO_2$. Os óxidos foram preparados pelo método sol-gel, calcinados a 673 e 873 K e caracterizados por difração de raios X (DRX), fisissorção de nitrogênio e dessorção de amônia a temperatura programada (TPD-NH₃). A partir dos dados obtidos foi possível observar como a introdução dos íons Mg^{+2} e Al^{+3} e a temperatura de calcinação influenciam a estrutura, textura e acidez dos óxidos mistos.

Palavras Chaves: óxidos mistos, zircônio, síntese.

Introdução

Os óxidos mistos de zircônio apresentam diferentes propriedades estruturais e catalíticas conforme ao óxido metálico agregado a sua estrutura e ao seu método de preparação¹. O objetivo deste trabalho foi estudar a influência da adição dos íons Mg^{+2} e Al^{+3} , e da temperatura de calcinação, em propriedades estruturais, texturais e químicas dos óxidos mistos de zircônio.

Resultados e Discussão

Os difratogramas de raios X (Figura 1) demonstram que com a incorporação do Al_2O_3 à zircônia promoveu a formação do óxido misto amorfo, enquanto o MgO facilitou a formação de cristais³. Além disso, a temperatura de calcinação de 873 K promoveu bandas mais estreitas e intensas do que há 673 K, já que fornece maior energia para a cristalização dos óxidos.

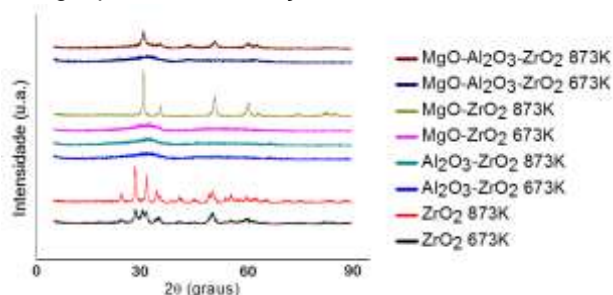


Figura 1. Difratogramas de raios X dos óxidos mistos de zircônio.

A análise de fisissorção de N₂ mostrou que o óxido misto $Al_2O_3-ZrO_2$ tem a maior área superficial entre os óxidos, seguido pelo $Al_2O_3-MgO-ZrO_2$, enquanto o $MgO-ZrO_2$ possui uma área superficial menor do que a zircônia pura (Tabela 1). A quantidade de sítios ácidos dos óxidos ZrO_2 , $Al_2O_3-ZrO_2$, $MgO-ZrO_2$ e $Al_2O_3-MgO-ZrO_2$ (calcinados a 873 K) obtida pela análise de

TPD-NH₃ foi de 0,48, 1,20, 0,30, 1,32 mmol NH₃.g⁻¹_{cat}, respectivamente. Notou-se que a incorporação de alumínio aumentou significativamente a acidez da zircônia pura.

Tabela 1. Dados da área superficial (A_s), volume (V) e diâmetro de poro (d_p) dos óxidos

Amostra	T (K)	A_s (m ² g ⁻¹)	V_p (cm ³ g ⁻¹)	d_p (nm)
ZrO_2	673	101	0,09	3,85
	873	24	0,08	10,08
$Al_2O_3-ZrO_2$	673	257	0,14	3,30
	873	154	0,15	3,69
$MgO-ZrO_2$	673	96	0,07	3,35
	873	15	0,04	4,07
$Al_2O_3-MgO-ZrO_2$	673	219	0,22	3,72
	873	133	0,19	5,82

Conclusões

Na síntese de óxidos mistos de ZrO_2 a adição do Al_2O_3 dificulta a cristalização, aumenta a área superficial, e aumenta a acidez do material. A adição do MgO facilita a cristalização, diminui a área superficial e diminui a acidez. Quando os dois óxidos são adicionados, percebe-se a prevalência das propriedades do alumínio sobre o magnésio. Finalmente, a calcinação a 873 K favorece a formação de estruturas mais cristalinas e menores áreas superficiais do que a 673 K.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Serviço de Apoio ao Estudante (SAE-Unicamp) pelo apoio financeiro.

¹Aramendía, M. A., Bora, V., Marinas, M. Synthesis and Characterization of ZrO_2 as an Acid-Base Catalyst Dehydration-Dehydrogenation of Propan-2-ol. J. Chem. Society, Faraday Trans., **1997**, 93, 1431-1438.

²Móran, M. P., Castillo, S. Synthesis, Characterization and Catalytic Activity in the Reduction of NO by CO on Alumina-Zirconia Sol-Gel Derived Mixed Oxides. Appl. Catal. B., **1999**, 21, 79-88.

³Liu, S., Zhang, X., Li, J. Preparation and Application of Stabilized Mesoporous $MgO-ZrO_2$ Solid Base. Catal. Commun., **2008**, 9, 1527.