

# ESTUDO E CARACTERIZAÇÃO DE ÓXIDOS MISTOS DE ZIRCÔNIO

Catarina S. Gonçalves<sup>1</sup>, Sergio A. V. Morales<sup>2</sup>, William L. Anjos<sup>2</sup>, Gustavo P. Valença<sup>3</sup>.

1. Graduanda da Faculdade de Engenharia Química - FEQUINICAMP; \*catarinassvgoncalves@gmail.com

2. Doutorando da Faculdade de Engenharia Química - LEPAC/FEQ /UNICAMP;

3. Professor Doutor da Faculdade de Engenharia Química - LEPAC/FEQ /UNICAMP.

Palavras Chave: óxidos mistos, zircônio, síntese.

## Introdução

Óxidos contendo dois ou mais cátions metálicos diferentes são conhecidos como óxidos mistos. Os óxidos mistos de zircônio apresentam diferentes propriedades conforme ao óxido metálico agregado a sua estrutura e ao seu método de preparação<sup>1</sup>, alterando seu desempenho catalítico. O objetivo deste trabalho foi estudar a influência da adição dos íons Mg<sup>+2</sup> e Al<sup>+3</sup> ao óxido de zircônio e da temperatura de calcinação nas propriedades estruturais, texturais e de acidez superficial dos óxido de zircônio-alumínio, zircônio-magnésio e zircônio-alumínio-magnésio.

## Resultados e Discussão

Os difratogramas de raios X (Figura 1) demonstram que com a incorporação do Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> à zircônia promoveu a formação do óxido misto amorfo, enquanto o MgO facilitou a formação de cristais<sup>2</sup>. 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.

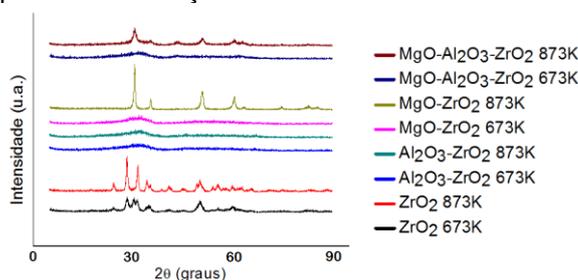


Figura 1. Difratogramas de raios X dos óxidos.

Em relação às isotermas de sorção (Figura 2), todas são do tipo IV, logo os cristais são mesoporosos<sup>3</sup> e possuem capilaridade em poros com esgotamento. Pelo método B.E.T. obteve-se que o óxido misto Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> tem a maior área superficial entre os óxidos, seguido pelo Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO-ZrO<sub>2</sub>, enquanto o MgO-ZrO<sub>2</sub> possui uma área superficial menor do que a zircônia pura (Tabela 1).

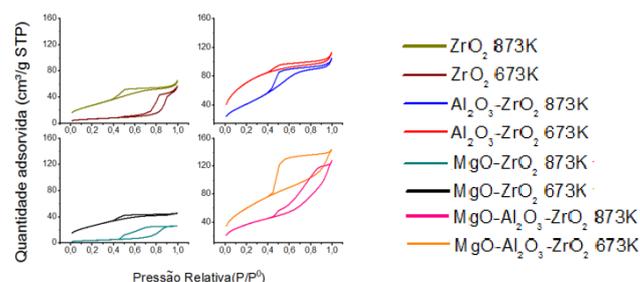


Figura 2. Isotermas de adsorção-desorção dos óxidos.

Como o Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> aumenta a área superficial, há formação de mais sítios ácidos, o que reflete na maior adsorção de NH<sub>3</sub> (Tabela 1). Para a adição do MgO, tem-se o efeito inverso.

Tabela 1. Dados da área superficial (A<sub>s</sub>), volume (V) e diâmetro de poro (d<sub>p</sub>) dos óxidos.

Amostra	T (K)	A <sub>s</sub> (m <sup>2</sup> g <sup>-1</sup> )	V <sub>p</sub> (cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> )	d <sub>p</sub> (nm)	Adsorção de NH <sub>3</sub> (mmol g <sup>-1</sup> )
ZrO <sub>2</sub>	673	101	0,09	3,85	2,06
	873	24	0,08	10,08	0,48
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -ZrO <sub>2</sub>	673	257	0,14	3,30	3,29
	873	154	0,15	3,69	1,20
MgO-ZrO <sub>2</sub>	673	96	0,07	3,35	1,80
	873	15	0,04	4,07	0,30
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -MgO-ZrO <sub>2</sub>	673	219	0,22	3,72	4,27
	873	133	0,19	5,82	1,32

Com o aumento da temperatura de calcinação de 673 K para 873 K tem-se a diminuição da acidez dos óxidos mistos, pois a estrutura amorfa permite a formação de mais sítios ácidos do que a estrutura cristalina (Tabela 1). Além disso, a calcinação a 673 K favorece o aparecimento de dois tipos de sítios ácidos (Figura 3).

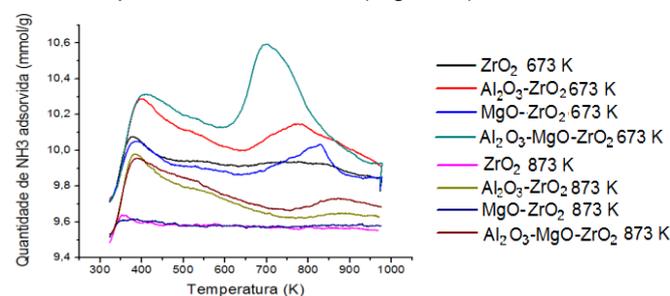


Figura 3. Perfis de desorção de NH<sub>3</sub> dos óxidos.

## Conclusões

Na síntese de óxidos mistos de ZrO<sub>2</sub> a adição do Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dificulta a cristalização e aumenta a área e a acidez superficial. A adição do MgO facilita a cristalização e diminui a área e a acidez superficial. Com a adição dos dois óxidos, 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. Por fim, o óxido com maior acidez superficial obtido foi o zircônio-alumínio-magnésio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO-ZrO<sub>2</sub>) calcinado a 673 K.

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao Serviço de Apoio ao Estudante (SAE/UNICAMP) pelo apoio financeiro.

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

<sup>2</sup>Móran, 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.

<sup>3</sup>Liu, S., Zhang, X., Li, J. Preparation and Application of Stabilized Mesoporous MgO-ZrO<sub>2</sub> Solid Base. Catal. Commun., **2008**, 9, 1527.