

Espectros de absorção UV-visível e Raman do catalisador Ni/Al₂O₃, preparado a partir de quitosana como “template”

Lúcia K. Noda^{1*} (PQ), Charlotte Reinicke¹ (IC), Ricardo A. Z. S. Teixeira¹ (IC), Kamila de S. Santos¹ (IC), Norberto S. Gonçalves¹ (PQ), Jivaldo R. Matos² (PQ). * luciakin@gmail.com

¹Centro de Ciências Exatas e da Terra, UNIFESP, Campus Diadema, Rua Arthur Riedel, 275, CEP 09972-270, Diadema SP, ²Instituto de Química, USP, Av. Prof. Lineu Prestes, 748, CEP 05508-000, São Paulo - SP
Palavras Chave: catalisadores, Ni/Al₂O₃, quitosana, espectros de absorção, espectros Raman

Introdução

Várias reações de interesse comercial, como a reforma de hidrocarbonetos e de etanol utilizam catalisadores metálicos suportados. Recentemente, um novo método de síntese de Al₂O₃ dopada com Ni utilizando-se o biopolímero quitosana como “template” foi desenvolvido¹, obtendo-se um material com elevada área superficial e partículas metálicas altamente dispersas. A atividade catalítica desses materiais depende da temperatura de calcinação, portanto, o estudo das modificações sofridas pelo catalisador com a temperatura é de grande importância.

Nesse trabalho, foram preparados catalisadores de Ni/Al₂O₃, utilizando-se quitosana como “template”, que foram calcinados a várias temperaturas. Foram obtidos espectros de absorção na região do UV visível e Raman desse catalisadores com o objetivo de se caracterizar as possíveis espécies presentes.

Resultados e Discussão

Uma mistura de Al(NO₃)₃.9H₂O/quitosana/ácido acético foi adicionada a uma solução de NH₄OH, sob agitação constante. O gel obtido, na forma de esferas, foi lavado com água destilada e em seguida colocado em um dessecador. O material seco foi impregnado com uma solução de nitrato de níquel de modo a se obter um teor de metal de 9% no catalisador. Retirou-se o excesso de água e em seguida, a amostra foi separada em três porções e cada porção foi calcinada a 300°C, 500°C ou 700°C, por 3 horas. A partir de um procedimento descrito na literatura² preparou-se uma amostra de NiAl₂O₄, para ser utilizado como comparação e verificou-se o efeito da temperatura de calcinação sobre este composto. Foram obtidos espectros Raman das amostras calcinadas no espectrômetro Renishaw System 3000, utilizando-se a linha de excitação em 633nm de um laser de He-Ne. Espectros de absorção na região do UV visível, utilizando-se a técnica de refletância difusa foram obtidos no espectrômetro Shimadzu UV-1800. Os espectros de absorção na região do UV-visível de amostras de Ni/Al₂O₃ calcinadas a 500°C 700°C e de NiAl₂O₄ calcinado a 700°C e 900°C são mostrados na Figura 1:

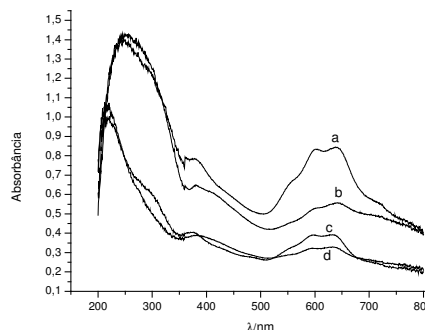


Figura 1: Espectros de absorção de NiAl₂O₄ calcinado a: (a) 900°C e b) 700°C; e Ni/Al₂O₃ calcinado a: (c) 700°C; e (d) 500°C.

O espectro de absorção do NiAl₂O₄ calcinado a 900°C é característico deste composto, porém, com pequena contribuição de NiO³. Já com calcinação a 700°C a contribuição do NiO é maior. Os espectros de Ni/Al₂O₃ calcinado a 500°C e 700°C apresentam comportamento similar, portanto, pode-se concluir que estão presentes o NiAl₂O₄ e o NiO, sendo que a 700°C a contribuição do NiAl₂O₄ é maior, como pode se inferir a partir da intensidade da banda em ca. 630 nm, característica do NiAl₂O₄. Já os espectros Raman não apresentaram espectros característicos de NiAl₂O₄ ou NiO nas regiões em que a amostra está mais dispersa (grãos bem pequenos). Alguns raros cristalitos apresentaram bandas, bem intensas, atribuídas tentativamente ao Ni₃O₄.

Conclusões

Os espectros de absorção no UV-visível mostram o efeito da temperatura sobre a estrutura das espécies presentes no catalisador de Ni/Al₂O₃, verificando-se a presença de NiAl₂O₄ e NiO, sendo que a contribuição do primeiro aumenta com a temperatura. Os espectros Raman indicam que o NiAl₂O₄ e o NiO estão bem dispersos no catalisador.

Agradecimentos

CNPq/Ed.Univ. 2007, PIBITI/CNPq, IQ-USP/LATIG, LEM-IQUSP.

¹Almeida, R. M., Fajardo, H. V., Mezalira, D. Z., Nuenber G. B., Noda, L. K., Probst L. F. D., Carreño N. L. V. *J. Mol. Catal. A*. **2006**, 259, 328.

²Li, W., Li, J., Guo, J. *J. Eur. Cer. Soc.* **2003**, 23, 2289.

³Becerra, A. M., Castro-Luna, A.E. *J. Chil. Chem. Soc.* **2005**, 50, 465.