

Caracterização Estrutural e Espectroscópica de ZrO_2-SO_4 obtido via Síntese Assistida por Microondas

Paula G. P. Moraes¹ (IC), Angélica C. K. Nogueira¹ (PG)*, Evandro L. Dall'Óglio² (PQ) e Ailton J. Terezo^{1,2} (PQ)

¹Grupo de Eletroquímica e Novos Materiais (GENMAT), ²Centro Interdisciplinar de Estudos em Biocombustíveis, Universidade Federal de Mato Grosso. *email : angelcorp@hotmail.com

Palavras Chave: zircônia sulfatada, microondas.

Introdução

O óxido de zircônio, ZrO_2 , é empregado como suporte cerâmico ou catalisador em vários processos industriais¹. O ZrO_2 modificado com ânions, em especial o sulfato, adquire uma atividade catalítica superior à observada para a zircônia não modificada². No processamento de materiais, as radiações de microondas vêm ganhando cada vez mais destaque e importância em diversas aplicações como síntese, secagem, calcinação e sinterização³. Neste trabalho, foi investigada a síntese do catalisador zircônia sulfatada por meio do método de precipitação e sulfatação assistida por microondas, com o objetivo de investigar a influência do uso de irradiação de microondas no processo de síntese e nas propriedades estruturais dos materiais obtidos.

Resultados e Discussão

O ZrO_2-SO_4 foi obtido a partir da precipitação de uma solução $0,62 \text{ mol L}^{-1}$ de $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ (Merck) com NH_4OH $3,0 \text{ mol L}^{-1}$ (marca Synth) até pH ~ 10. O precipitado ($Zr(OH)_4$) foi filtrado, lavado e seco a $110 \text{ }^\circ\text{C}$. Ao final, o material foi sulfatado de forma convencional (ZConv) sob agitação em uma solução de H_2SO_4 $0,5 \text{ mol L}^{-1}$. Em comparação ao material convencional, realizou-se a sulfatação assistida por microondas (ZMW). Utilizou-se um reator de PTFE com solução de H_2SO_4 $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ sob agitação e emissão de microondas de 800 W. Para os dois casos (convencional e microondas) avaliou-se o efeito do tempo de sulfatação (1 e 2 h) e da temperatura de calcinação (550 e $650 \text{ }^\circ\text{C}$). Os materiais foram caracterizados por medidas de difração de raios-X e FTIR. Na caracterização por difração de raios-X, verificou-se que o tempo de sulfatação por microondas leva a formação de mistura de fases tetragonal e monoclinica, enquanto que na sulfatação convencional verificou-se apenas a fase tetragonal. Já o fator temperatura de calcinação demonstrou-se determinante para as amostras ZConv, visto que obteve-se a fase tetragonal para as amostras calcinadas a $550 \text{ }^\circ\text{C}$ e uma mistura de fases (monoclinica e tetragonal) para $650 \text{ }^\circ\text{C}$. No caso das amostras ZMW-1h os difratogramas demonstraram estruturas cristalinas

semelhantes do tipo tetragonal, independentemente da temperatura, enquanto que para ZMW-2h observou-se mistura de fases nas duas temperaturas estudadas, demonstrando que o tempo irradiação induz a transição de fases da amostra. Os tamanhos dos cristalitos variaram entre 5,90 a 13,5 nm ZConv e entre 5,33 a 10,2 nm para ZMW. Os espectros de FTIR mostraram a presença dos grupos sulfatos, independentemente do método de preparação, tempo de sulfatação e temperatura de calcinação. Porém, constatou-se que para as amostras convencionais o aumento da temperatura de calcinação favoreceu-se a definição das bandas de absorção, e para as amostras assistidas por microondas calcinadas a $550 \text{ }^\circ\text{C}$, observa-se uma sobreposição dos sinais de absorção de IV e o surgimento de uma banda larga na região entre 1400 e 900 cm^{-1} , e quando as amostras assistidas por microondas são calcinadas a $650 \text{ }^\circ\text{C}$ observa-se a definição das bandas características da formação de zircônia sulfatada, conforme demonstrado na Figura 1.

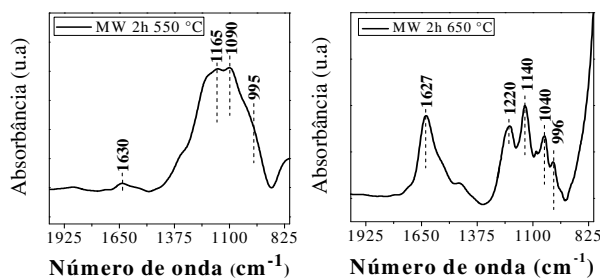


Figura 1 - Espectros de FTIR das amostras de ZrO_2-SO_4 .

Conclusões

A incorporação de grupos sulfatos à zircônia foi atingido e a sulfatação convencional e assistida por microondas resultaram em materiais com certas propriedades diferentes.

Agradecimentos

Ao CNPq, FINEP, SECITEC.

¹ Xu, H.; Qin, D.H.; Yang, Z.; Li, H.L. *Mat. Chem. and Physics*. **2003**, 80, 524-528.

² Ganapati, D.Y.; Jayesh, J.N. *Micropor. Mesopor. Mat.*, **1999**, 33, 1.

³ Menezes, R. R.; Souto, P. M.; Kiminami, R. H. G. A. *Cerâmica*, **2007**, 53, 1-10.