

Determinação espectrofotométrica do teor de aluminato de Ni em catalisadores de Ni/Al₂O₃

Lúcia K. Noda¹(PQ)*, Charlotte Reinicke¹ (IC), Norberto S. Gonçalves¹(PQ)

*lucia.noda@unifesp.br

¹Departamento de Ciências Exatas e da Terra, Universidade Federal de São Paulo,

Palavras-chave: aluminato de Ni, NiAl₂O₄, Ni/Al₂O₃, espectroscopia UV-visível, reflectância difusa

Introdução

Os catalisadores metálicos suportados são utilizados em diversas reações, dentre elas a decomposição química catalítica de hidrocarbonetos ou outros reagentes precursores de carbono, podendo gerar como produto nanotubos de carbono (NTC). A estrutura do catalisador formado é de grande importância, pois está relacionada à atividade catalítica e determinará o tipo de NTC a ser formado na reação de decomposição catalítica [1]. Nos catalisadores metálicos suportados de Ni em Al₂O₃, os possíveis compostos que podem se formar são óxidos do metal (como NiO e Ni₂O₃) ou aluminatos de níquel como NiAl₂O₄. Este apresenta absorção na região do UV-visível (transições d-d), tornando possível o uso da espectroscopia UV-Visível em sua quantificação. Neste sentido, utilizou-se a medida da absorbância de suas bandas para a determinação do teor de NiAl₂O₄ no catalisador de Ni/Al₂O₃. As absorções dos óxidos de níquel não interferem no espectro do NiAl₂O₄ [2].

Resultados e Discussão

O NiAl₂O₄ foi preparado segundo o método de Li [3]. Adicionou-se NH₄OH a uma solução de Ni(NO₃)₆.6H₂O, Al(NO₃)₃ e ácido cítrico, formando-se um gel, ajustando-se o pH até 7. O gel formado foi aquecido até 300°C e depois calcinado até 1100°C. O NiAl₂O₄ obtido tinha coloração azul escura. O catalisador de Ni/Al₂O₃ foi preparado utilizando-se quitosana como template, conforme já descrito anteriormente [4]. Foram obtidos espectros de absorção UV-visível do NiAl₂O₄, pela técnica de reflectância difusa, num espectrômetro Shimadzu UV3101PC, equipado com esfera integradora. Estes espectros apresentam bandas largas e estruturadas entre ca. 500-700 nm. Para a construção da curva de calibração empregou-se misturas do NiAl₂O₄ e Al₂O₃, com 2,5% a 25% em massa de NiAl₂O₄. Em primeira aproximação, tomando como referência o valor de $\lambda=650\text{nm}$, utilizou-se a diferença de absorbância entre o pico e a linha-base (Δabs) versus porcentagem de NiAl₂O₄, obtendo-se a curva de calibração como mostrado na Figura 1. Observa-se uma boa linearidade entre a absorbância e a porcentagem em massa, na faixa investigada.

34^a Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

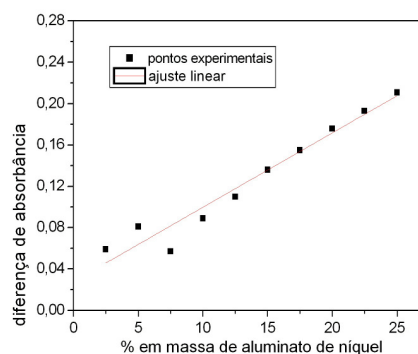


Figura 1. Curva de calibração para o NiAl₂O₄.

Na Tabela 1, estão apresentados os teores estimados de NiAl₂O₄, para duas amostras de catalisadores de Ni/Al₂O₃, calcinadas a 500 e 700°C a partir da curva mostrada na Figura 1.

Tabela 1. Teor de NiAl₂O₄ para duas amostras Ni/Al₂O₃, calcinadas nas temperaturas indicadas:

T. calcinação (°C)	Δabs	% NiAl ₂ O ₄
500	0,06	5,0 %
700	0,12	12,5 %

Verifica-se que com o aumento da temperatura de calcinação ocorre maior formação de NiAl₂O₄ no catalisador.

Conclusões

É possível utilizar a espectroscopia no UV-visível com reflectância difusa para determinação dos teores de NiAl₂O₄ em catalisadores de Ni/Al₂O₃.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao LEM-IQUSP pelo uso dos instrumentos, ao CNPq (processos 302858/2008-3, 483039/2010-1, 305249/2008-8), PIBIC/UNIFESP.

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

² Becerra, A.M.; Castro-Luna, A.E.; *J. Chil. Chem. Soc.* **2005**, 50, 465.

³ Li, W.; Li, J.; Guo, J. *J. Eur. Ceram. Soc.* **2003**, 23, 2289.

⁴ Fajardo, H.V.; Martins, A.O.; Almeida, R.M.; Noda, L.K., Probst, L.F.D.; Carreno, N.L.V.; Valentini, A. *Mat. Lett.* **2005**, 59, 3963.