

PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE CATALISADORES DE MoO_3 SUPORTADOS EM α -ALUMINA

Rondinele Nunes de Araújo¹; Fabiana Medeiros do Nascimento Silva²; Erivaldo Genuino Lima³; Tellys Lins Almeida Barbosa⁴; Meiry Glauca Freire Rodrigues⁵

¹ Universidade Federal de Campina Grande, rondinele_nunes@hotmail.com

² Universidade Federal de Campina Grande, fabymedeirosquimica@hotmail.com

³ Universidade Federal de Campina Grande, erigenuino@hotmail.com

⁴ Universidade Federal de Campina Grande, tellyslins@hotmail.com

⁵ Universidade Federal de Campina Grande, meirygfr@hotmail.com

Introdução

Um dos materiais cerâmicos que mais se destacam industrialmente, diz respeito à alumina, por apresentar características como alta resistência elétrica e estabilidade térmica. Essas características proporcionam às aluminas aplicações em áreas diversificadas, as quais são utilizadas como coberturas protetoras antioxidativas, membranas, catalisadores ou suportes catalíticos (Salahudeen et al., 2015). A alumina pode ser obtida a partir da desidratação de determinados hidróxidos, que quando convertida termicamente pode apresentar-se em aluminas de transição e em sua fase mais estável a α -alumina (Silva et al., 2016).

Segundo Xu et al., (2015), a α -alumina é bastante utilizada na catálise como catalisadores ou suportes catalíticos, por possuir propriedades favoráveis para esta área, como exemplo, área específica entre 150 e 250 m^2g^{-1} , diâmetro de poros de 7,5 a 25 nm, volume de poros de 0,5 a 1,0 cm^3g^{-1} , o que favorece a seletividade e a reatividade em reações heterogêneas, sua acidez é considerada fraca e moderada e possui alta estabilidade térmica, em função destas propriedades a α -alumina é bastante explorada como catalisadores heterogêneos na reação de transesterificação na obtenção de biodiesel (Alvarenga, 2013).

De acordo com Braga et al., (2015), apesar da α -alumina possuir excelentes características quando utilizadas como catalisadores, em função de sua fraca acidez, a α -alumina geralmente é impregnada com um determinado metal reativo para a reação desejada na catálise, como exemplo a deposição do MoO_3 , aumentando seu potencial catalítico em função de sua versatilidade e suas propriedades redox. Os compostos de molibdênio são catalisadores ativos e seletivos em diversas reações envolvendo participação de hidrogênio e oxigênio. Os catalisadores de MoO_3 possuem um elevado potencial catalítico devido principalmente aos seus diversos estados de oxidação do Mo. Normalmente os catalisadores de molibdênio suportados por α -alumina são preparados via impregnação úmida de soluções de heptamolibdato de amônio (Abello et al., 2001).

Portanto, o objetivo deste trabalho foi preparar e caracterizar os catalisadores suportados em α -alumina, utilizando o método de impregnação por via úmida com diferentes percentuais de MoO_3 , a fim de avaliar as características estruturais.

Metodologia

Os experimentos foram desenvolvidos no Laboratório de Desenvolvimento de Novos Materiais (LABNOV), localizado na Unidade Acadêmica de Engenharia Química, no Centro de Ciências e Tecnologia da Universidade Federal de Campina Grande (UAEQ/CCT/UFCG).

Preparação dos catalisadores de α -alumina

Inicialmente a α -alumina comercial fornecida pela (ALMATIS) foi peneirada utilizando uma peneira de mesh

200 (abertura de 0,075mm), com a finalidade de diminuir sua granulometria e aumentar sua área de contato, em seguida a α -alumina foi caracterizada por difração de raios X (DRX).

Impregnação do MoO_3

A impregnação foi realizada a partir do método por via úmida (Debecker et al., 2011), utilizando uma solução do sal heptamobilidato de amônio (0,1 M) sobre a α -alumina comercial, com teores calculados de 10 e 15% do MoO_3 . As soluções com a α -alumina e o sal heptamobilidato de amônio foram mantidas sob agitação constante por um período de 1h, em seguida as amostras foram secas em estufa à 60°C durante 24h. Após a secagem, as amostras foram calcinadas em forno mufla, a uma temperatura de 550°C, com rampa de aquecimento de 5°C/min, onde permaneceu por 4 horas. Os catalisadores obtidos foram levados a caracterização por difração de raios X (DRX).

Caracterização

Difração de raios X

A α -alumina comercial e os catalisadores (α -alumina/10% MoO_3 e α -alumina/15% MoO_3) antes e após a calcinação, foram caracterizados por difração de raios X, onde foi utilizado o método do pó empregando-se um difratômetro Shimadzu XRD-6000 com radiação $CuK\alpha$, tensão de 40 KV, corrente de 30 mA, tamanho do passo de 0,020 2 θ e tempo por passo de 1,000 s, com velocidade de varredura de 2° (2 θ)/min, com ângulo 2 θ percorrido de 5 a 80°.

Resultados e discussão

A análise por difratometria de raios X foi realizada para as amostras de α -alumina comercial, α -alumina/10% MoO_3 e α -alumina/15% MoO_3 (antes e após calcinação). De acordo com os resultados apresentados nos difratogramas de raios X para a α -alumina comercial, observou-se a presença dos picos característicos do óxido de alumínio na região correspondente a 2 θ = 25 - 80° de acordo com a ficha padrão JCPDS 46-1212. Nos difratogramas dos catalisadores (α -alumina/10% MoO_3 e α -alumina/15% MoO_3) com diferentes percentuais de óxido depositados, antes e após a calcinação, foi comprovado a partir da análise que a inserção do MoO_3 em diferentes percentuais não comprometeu a estrutura cristalina da α -alumina. Observou-se também a presença de um material monoclinico de acordo com a ficha padrão JCPDS 47-1320 cujos picos identificados em (2 θ): 12.78, 23.34, 25.71, 25.92, 27.32, 33.13, 33.77, 38.99, 39.67, 45.78, 46.31, 52.82, 57.69 e 58.84° nas amostras com teores de 10 e 15% de MoO_3 , indicando a efetiva inserção do metal no suporte sem que haja comprometimento da estrutura da α -alumina. Observou-se a partir dos difratogramas de raios X, dos catalisadores α -alumina/10% MoO_3 e α -alumina/15% MoO_3 após a calcinação, uma diminuição na intensidade os picos característicos da α -alumina devido a retirada das moléculas de água fissorvidas na estrutura da α -alumina, logo com o processo de calcinação ocorre a contração estrutural, ocasionando a redução da intensidade.

Conclusões

Diante do exposto pode-se concluir que os catalisadores α -alumina/10% MoO_3 e α -alumina/15% MoO_3 foram obtidos com sucesso. A calcinação realizada a temperatura de 550°C não ocasionou mudanças na estrutura cristalina do suporte, verificando-se uma excelente dispersão do MoO_3 sobre a α -alumina, sem indícios de mudança nos picos característicos da α -alumina, fato observado no difatograma de raios X, portanto, os catalisadores encontram-se aptos a serem avaliados na reação de transesterificação do óleo de soja.

Palavras-Chave: Alumina; impregnação, óxido de molibidênio.

Agradecimentos

Os autores agradecem a Petrobrás pelo apoio financeiro e a CAPES pelas bolsas concedidas.

Referências

Abello, M.C.; Gomez, M.F.; Ferretti, O. Mo/ γ -Al₂O₃ catalysts for the oxidative dehydrogenation of propane.: Effect of Mo loading. Appl. Catal. A General, 207, 421-431, 2001.

Alvarenga, C. M. Alumina recoberta com carbono como suporte de catalisadores em reações de hds. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio de Janeiro, p.120, 2013.

Braga, T. P.; Pinheiro, A. N.; Leite, E. R.; Santos, R. C. R. ; Valentini, A. Cu, Fe, or Ni doped molybdenum oxide supported on Al₂O₃ for the oxidative dehydrogenation of ethylbenzene. Chinese Journal of Catalysis, 36, 712-720, 2015.

Debecker, D. P.; Stoyanova, M.; Rodemerck, U.; Gaigneaux, E. M. Preparation of MoO₃/SiO₂-Al₂O₃ metathesis catalysts via wet impregnation with different Mo precursors. J. Mol. Catal. A Chem. 2011, 340 (1-2), 65–76.

Silva, F. M. N.; Lima, E. G.; Rodrigues, M. G. F. Influência da calcinação nas transformações de fase da gibsit-a-boemita-gama/alumina. 60º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Águas de Lindóia, SP, 2016.

Xu, G.; Li, J.; Cui, H.; He, Q.; Zhang, Z.; Zhan, X. Biotemplated fabrication of porous alumina ceramics with controllable pore size using bioactive yeast as pore-forming agent. Ceramics International, v.41, p.7042-7047, 2015.

N. Salahudeen, A. S. Ahmed, Ala'a H. Al-Muhtase, M. Dauda, S. M. Waziri, B. Y. Jibril. Synthesis of gamma alumina from Kankara kaolin using a novel technique. Applied Clay Science. 105 –106 (2015) 170–177.