

“Síntese e Caracterização de óxidos mesoporosos para utilização como adsorvedores”

Carolina Marques de Paula – Orientadora: Larissa Otubo
“Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN”

INTRODUÇÃO

Óxidos de alumínio são materiais cerâmicos que apresentam grande variedade de aplicações, devido a suas diversas propriedades físicas. Tais óxidos podem ser usados em aplicações biomédicas, suportes para dispositivos eletrônicos, catalisadores e revestimento contra corrosão de materiais metálicos [1,2,3,4,5].

As propriedades dessas cerâmicas dependem, dentre outros fatores, da sua estrutura cristalina, já que pode existir em estruturas metaestáveis, chamadas de aluminas de transição (bastante utilizadas para aplicações que precisam de elevadas áreas de superfície e altas atividades catalíticas [6]). A fase estável, alfa-alumina é a mais utilizada, pois apresenta alta resistência mecânica, ótimas propriedades elétricas e boa condutividade térmica [7].

OBJETIVO

Estudo da síntese da alumina porosa utilizando o método *template*, e analisando as estruturas e propriedades do material obtido.

METODOLOGIA

Síntese de Alumina Mesoporosa: em um balão de fundo redondo foram adicionados o polímero pluronic L64 (nas concentrações finais de 2,5, 5 e 10% em massa) e 1,8 g de ácido cítrico, sob agitação magnética em 80ml de etanol. Com uma pipeta graduada foi adicionado 6,4 ml de ácido clorídrico. Ainda sob agitação, foi adicionado lentamente 8,2 g de isopropóxido de alumínio. O pH foi medido(ficou entre 0 e 1)

e em seguida o balão foi tampado com papel filme para evitar evaporação do solvente. Após o período de 12h de agitação, o pH se manteve inalterado. A solução foi transferida para uma placa de Petri e levada a estufa a 60°C por 72h. Após secagem, as amostras foram denominadas de xerogel. Os xerogéis foram tratados termicamente a 400, 800, 1200 °C por 4h.

Teste de adsorção de molibdênio: Suspensões contendo 0,1g de alumina em 30 mL de solução $1,5 \times 10^{-3}$ M de molibdato de amônio foram submetidas à agitação por 30 min. Após esse período, as suspensões foram filtradas e a quantidade de molibdênio foi determinada por ICP-OES.

RESULTADOS

TABELA 1: Teste de adsorção de molibdênio:

Amostras	Mg de Mo/ g de alumina
800_2,5%	81,24
800_5%	72,39
800_10%	52,57
1200_2,5%	2,94
1200_5%	8,30
1200_10%	13,86

As aluminas tratadas a 400°C não foram utilizadas nos testes porque ainda são amorfos. Comparando-se os valores de Mo adsorvido observou-se maiores valores de adsorção para as aluminas tratadas a 800°C.

Microscopia eletrônica de Transmissão (MET): Nas amostras tratadas a 400°C, a concentração de polímero influenciou nos resultados, pois a morfologia dos poros foi mudando com o aumento da concentração.

A 800°C a concentração do polímero influenciou na morfologia dos poros.

As aluminas tratadas a 1200°C apresentaram um nível de porosidade muito baixo, e com o aumento da concentração a quantidade de poros foi diminuindo devido ao processo de coalescência e crescimento das partículas.

Microscopia eletrônica de Varredura (MEV):

Os resultados apresentados nas amostras a 400°C, mostrou que a superfície porosa, foi tornando-se significativa com o aumento da concentração, isto é, somente a de 10% apresentou partículas com superfície porosa na parte interna e externa na escala observada por MEV.

A 800°C observou-se que a superfície porosa das partículas, foi novamente se tornando significativa com o aumento da concentração do pluronic L64.

A 1200°C as partículas apresentaram superfície mais porosa em relação às outras temperaturas trabalhadas, mas novamente a de maior concentração (10%) apresentou superfície bastante porosa.

Difração de Raio X: Os difratogramas de raios X mostraram que a 400 °C a alumina se mantém não cristalina, sendo que a 800 °C, quando o polímero todo já foi eliminado através da sua calcinação, houve a formação da fase γ -alumina. Após o tratamento térmico a 1200 °C, houve a formação da fase α -alumina, concomitante ao colapso da estrutura de mesoporos, formando partículas de tamanhos variados de acordo com o a concentração do polímero utilizado.

CONCLUSÕES

Os diferentes resultados obtidos devido a variação de concentrações (2.5%,5% e 10%) e temperaturas (400°C, 800°C e 1200°C), mostrou que a a variação da concentração de polímero influenciou na morfologia dos poros da Alumina sintetizada e que a temperatura de tratamento térmico leva a fases cristalinas diferente.

No teste de adsorção de molibdênio a resposta foi acima do parâmetro quando tratadas a 800°C e a maior quantidade de molibdênio adsorvido, apresentado na tabela, foi a de concentração de 2,5%. Em relação aos resultados das microscopias, no MET as estruturas que apresentaram maior porosidade foram as aluminas tratadas a 800°C, enquanto no MEV, as de superfícies mais porosas observadas nas amostras tratadas a 1200°C indica a coalescência dos poros manométricos, formando-se as estruturas observadas.

Tendo em vista esses resultados, é interessante se trabalhar com temperaturas próximas as 800°C e com baixa concentração de polímeros para obter aluminas com maior porosidade e capacidade de adsorção de Mo.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[114] DASH, A.; KANPP Jr., F.F.; PILLAI, M.R.A. Nuclear Medicine and Biology, v.40, p. 167-176, 2013.

[115] MOLINSKI, V.J. Int. Appl. Radiat. Isot., v. 33, p.811-809, 1982.

[116] VERBEEK, P. State of the art. Association of Imaging Producers & Equipment Suppliers (AIPES), 2008.

[117] BOYS, R.E. Int. Appl. Radiat. Isot., v. 33, p. 801-809, 1982

[118] LEBOWITZ, E.; RICHARDS, P. Seminars in Nuclear Medicine, v. 4, p.257-268,1974.

[119]Ilse, Z. Technetium -99m pharmaceutically. Springer, Vienna: 2007.

[120]DOWDALL, M.; SELNAS, O.G., GWYNN, J.P., LIND,B. Water, Air, and Soil Pollution,v. 156, p.287-297, 2004.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq, IPEN-CNEN