

Síntese e caracterização de óxidos mesoporosos para utilização como adsorvedores

Carolina Marques de Paula e Larissa Otubo
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN

INTRODUÇÃO

O óxido de zircônio (zircônia) é uma cerâmica importante que possui aplicações em eletrólitos sólidos, cerâmicas estruturais, biomateriais, entre outras [1]. Devido a sua alta área superficial, a zircônia nanoestruturada tem sido muito estudada para aplicações como catalizadores ou suporte de catalizadores, cerâmicas de engenharia, sensores de oxigênio, células solares e geradores de radioisótopos [2,3].

A zircônia assume três diferentes estruturas cristalinas em diferentes faixas de temperatura: monoclinica (<1170°C), tetragonal (1170°C a 2370°C) e cúbico (2370°C a 2680°C) [5].

Alguns métodos têm sido empregado visando a obtenção de óxidos de zircônio com alta área superficial, como por precipitação[3], síntese hidrotérmica e utilizando templates [7].

OBJETIVO

Estudo da síntese e caracterização da zircônia mesoporosa utilizando o método template.

METODOLOGIA

Em balões de fundo redondo foram adicionados o polímero Pluronic L64® ou polímero Pluronic F127® (nas concentrações finais de 2,5%, 5% e 7% em massa) dissolvido em 12,5 ml de etanol. Sob agitação intensa, foram adicionados lentamente 3,22 g de Cloreto de Zircônia.

Em seguida a solução foi transferida para uma placa de petri e levada a estufa a 40°C por 24h. Após a secagem as amostras foram tratadas termicamente a 600°C e a 800°C por 4h.

RESULTADOS

As amostras foram caracterizadas por microscopias eletrônicas de varredura, transmissão e difração de raios X.

Microscopia eletrônica de Varredura

As amostras obtidas com o pluronic F127 e tratadas a 600°C apresentaram superfície rugosa em todas as concentrações trabalhadas. As amostras tratadas nessa temperatura apresentaram comportamento bem semelhantes, enquanto as amostras tratadas a 800°C apresentaram resultados diferentes em relação às concentrações utilizadas. As partículas obtidas na concentração 5% revelaram a presença de grãos na superfície das partículas, sendo que as de 7% resultaram em partículas com uma superfície bem lisa e com morfologia bastante fibrosa.

As amostras obtidas com o pluronic L64 e tratadas a 600°C mostraram que com o aumento da concentração as partículas perderam a morfologia fibrosa, e passaram a ter como resultado superfície com agregados de partículas menores e irregulares, já as amostras tratadas a 800°C mostram que na concentração de 5% houve a formação de grãos na superfície, e as amostras obtidas com 7% apresentaram a formação de partículas pequenas

agregadas, sendo algumas delas irregulares.

Microscopia eletrônica de Varredura

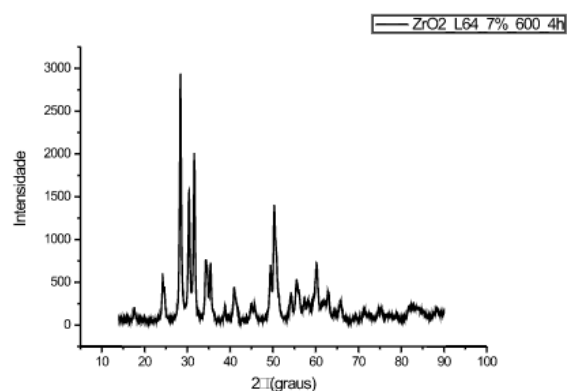
Nas amostras de zircônia com pluronic F127 foi observada a presença de agregados de partículas de 30 a 100 nm para as amostras tratadas a 600°C para as três concentrações de polímero utilizadas. A morfologia dos poros também foi influenciada pelo aumento na concentração. Com o tratamento feito a 800°C, houve um aparente crescimento das partículas.

As amostras obtidas com o pluronic L64 tratadas termicamente a 600°C apresentaram resultados semelhantes nas diversas concentrações, isto é, a concentração não influenciou na morfologia dos poros. A amostra tratada a 800°C apresentou regiões com partículas que sugerem certa sinterização.

Difração de raio X (DRX)

Os tipos de polímero não influenciaram nas fases cristalinas formadas.

Os difratogramas de raios X mostraram que a zircônia em diferentes temperaturas formou a mesma fase. Houve a formação da fase monoclinica.



CONCLUSÕES

Os resultados obtidos com a variação de concentrações do polímero, temperaturas e polímeros mostraram que as variações da concentração de polímero influenciaram na superfície das partículas e na morfologia dos poros da zircônia sintetizada e que ambas temperaturas de 600°C e de 800°C tratamento térmico levam à formação da fase monoclinica.

Em relação aos resultados das microscopias, no MET as estruturas apresentam com maior nível de porosidades foram obtida para as zircônias tratadas a 800°C, formadas pelo polímero F127 e de concentração 7%, enquanto no MEV, as de superfícies mais porosas, foram observadas nas amostras tratadas a 600°C.

Os resultados de morfologia e fases cristalinas, indicaram que é interessante se trabalhar com temperaturas próximas a 800°C e com alta concentração de polímeros para obter zircônias com maior porosidade, entretanto medidas de área superficial ainda deverão ser feitas para a caracterização dos materiais.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] HUANG, C., TANGE, Z., ZHANG, Z., J. Am. Ce. Soc., v. 84, p.1637-38, 2001.
- [2] CHAKRAVARTY, R., SHUKLA, R., RAM, R., TYAGI, A. K., DASH, A., VENKATESH, M., Chromatographia, v. 72, p;875-884, 2010.
- [3] CHAKRAVARTY, R., SHUKLA, R., TYAGI, A. K., DAS H, A., VENKATESH, M., Applied Radiation and Isotopes, v. 68, p.229-238, 2010.
- [4] YIN S. F, XU, B.Q, Chem Phys Chem, p. 277-281, 2003.
- [5] PÂRVULESCU, V.I., BONNEMANN, H., PÂRVULESCU, V., ENDRUSCHAT, U., RUFINSKA, A., LEHMANN, CH. W., TESCHE, B, PONCELET, G. Applied Catalysis A: General, v. 214, p. 273-287, 2001.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq/PIBIC, IPEN-CNEN.