

PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE MICROESFERAS DE ZIRCÔNIA – ESTUDO DO COMPORTAMENTO CROMATOGRÁFICO E CATALÍTICO

Débora Beatriz Fernandes e Fátima Maria Sequeira de Carvalho
Centro de Química e Meio Ambiente - CQMA

OBJETIVO

Este trabalho tem como objetivos a preparação e o estudo do comportamento de microesferas de zircônia, como trocador inorgânico, na retenção de íons molibdato.

METODOLOGIA

Obtiveram-se as microesferas de zircônia, para uso neste trabalho pelo processo da hidrólise em meio homogêneo. Este processo baseia-se na geleificação interna de pequenas gotículas, no interior das quais gera-se amônia por hidrólise de substâncias como hexametilenotetramina (HMTA) e uréia. O meio orgânico utilizado nesse processo foi o óleo de silicone [1].

As microesferas assim obtidas são submetidas a um tratamento térmico e avaliadas como trocadores inorgânicos na adsorção de soluções contendo molibdênio, em diferentes concentrações de ácido nítrico, para se determinar qual a melhor acidez para a retenção deste elemento. São analisadas também quanto ao poder de eluição em diferentes concentrações de NH_4OH .

Fez-se a análise do molibdênio nos efluentes gerados, após tratamento e acidificação adequada, por precipitação com 1,10-fenantrolina [2]. Após a filtração, calcinou-se a 600°C por 2 horas. Pesou-se o molibdênio como MoO_3 .

Fez-se uma análise de microscopia eletrônica de varredura para verificar a morfologia do catalisador.

Na reforma do etanol introduziu-se inicialmente, em um forno aquecido a

aproximadamente 120°C , uma mistura de etanol e água na proporção 1:1(v/v), onde foi superaquecida e evaporada. Realizou-se a reforma dessa mistura gasosa com a ajuda do catalisador de microesferas fixado em um segundo forno, em temperaturas próximas a 500°C . Determinou-se a quantidade de hidrogênio, na mistura gasosa da saída do reformador, por cromatografia gasosa [3].

RESULTADOS

A variação da retenção de molibdênio em diferentes concentrações de ácido nítrico é apresentada na figura 1. Na figura 2 apresenta-se a variação da eluição de molibdênio em diferentes concentrações de hidróxido de amônio, utilizando-se em todos os experimentos um volume de 150ml.

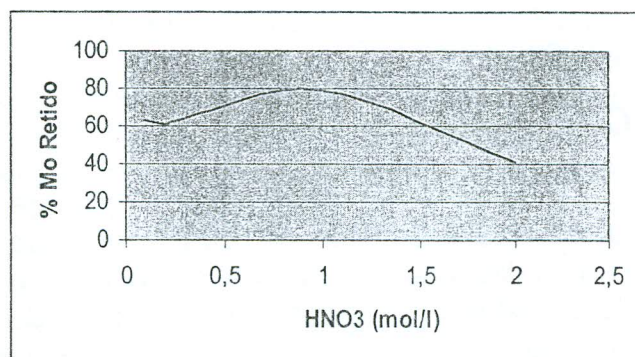


Figura 1.: Molibdênio retido na coluna de zircônia em função da concentração de ácido nítrico.

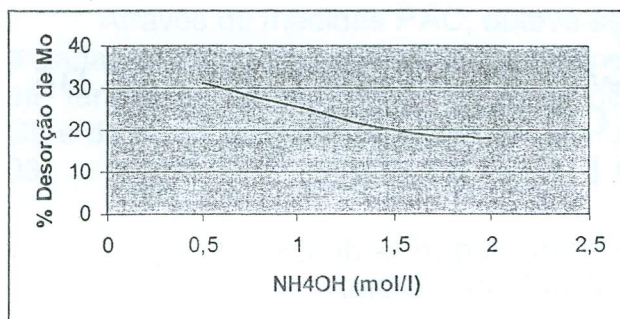


Figura 2.: Molibdênio eluído na coluna de zircônia em função da concentração de hidróxido de amônio

Na figura 3 apresenta-se a análise MEV das microesferas de MoO₃/ZrO₂

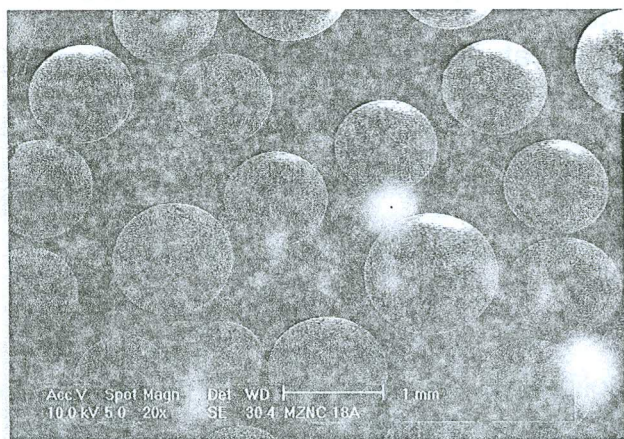


Figura 3.: Micrografia da amostra de MoO₃/ZrO₂ calcinada a 500°C por 2 horas

Na reforma do etanol utilizando-se apenas microesferas de zircônia pura, o rendimento de hidrogênio na mistura gasosa foi de 27,9%.

CONCLUSÕES

Pode-se verificar, na etapa de adsorção/eluição, que os íons molibdatos são adsorvidos em meio ácido e desorvidos em meio alcalino do leito de zircônia.

A morfologia da zircônia é muito importante, pois na forma de microesferas não ocorre o empacotamento da coluna cromatográfica, tornando mais fácil a adsorção dos metais. Quando utilizadas como catalisador, também é um fator relevante, pois favorece a passagem dos

gases, diminuindo a possibilidade de acidentes.

Fazendo-se uso da zircônia pura nos testes de reforma do etanol, houve um rendimento de hidrogênio de 27,9%, na mistura gasosa da saída do reformador. Embora o rendimento com a zircônia pura tenha sido baixo, este resultado é importante, pois se pode notar que ela apresenta um papel de coadjuvante no processo de catálise.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] SANTOS, W. R., "Preparação de Microesferas de Alumina por Processo Hidrolítico, Aplicação como Trocador Inorgânico em Cromatografia de Coluna", Dissertação de Mestrado – Instituto de Química da Universidade de São Paulo (1981).
- [2] CARVALHO, F. M. S., "Três Novas Reações Seletivas para a Precipitação de Mo(VI) – Processo Alternativo para a Separação e Purificação de Molibdênio", Tese De Doutorado – Instituto de Química da Universidade de São Paulo (1995).
- [3] P.J.Wild and M.J.F.M.Verhaak, Catalysis Today, 60, 3 (2000)

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq – PIBIC