

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ÓXIDOS NANOESTRUTURADOS: SISTEMA MgO + Ni

Aluno: Joana Madeira Krieger e Bruno Batista de Negreiros
Orientador: Roberto de Avillez

Introdução

Um dos grandes cuidados na atualidade é com a natureza e problemas causados por poluentes na mesma. Problemas como poluição do ar, das águas e do solo, assim como devastação de florestas sempre são assuntos em destaque. Porém, no topo das discussões está o Efeito Estufa.

O Efeito Estufa nada mais é do que um processo que ocorre quando uma parte da radiação infravermelha emitida pela superfície terrestre é absorvida por gases, como o dióxido de carbono (CO₂), metano (CH₄), Óxido nítrico (N₂O) e CFC's (C_xCl_x), presentes na atmosfera e como consequência temos o aquecimento da temperatura na Terra. Uma possibilidade para reduzir o impacto destes gases é a retirada dos mesmos da atmosfera com a conversão para gases menos poluentes, ou a formação de gases de maior importância tecnológica.

O metano presente na atmosfera pode ser decomposto em produtos de carbono mais hidrogênio, ou sofrer um processo de reforma para a formação de hidrogênio e monóxido de carbono, o gás de síntese. Ambos processos diminuem a quantidade de metano e produzem produtos de maior valor agregado. Estes processos normalmente empregam catalisadores para acelerar a reação. Um catalisador reconhecidamente importante é o níquel suportado numa base de óxido de magnésio.

Esta pesquisa procura otimizar as condições de síntese de um composto de óxido de magnésio nanoestruturado com óxido de níquel, ou níquel metálico, que poderá ser empregado como catalisador em processos envolvendo o metano.

Objetivo

Descobrir as melhores condições de síntese de MgO+Ni pelo processo de sol-gel, empregando álcool polivinílico (PVA) e diferentes temperaturas e tempos de queima. Os resultados são analisados por difração de raio-x, MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura) e MET (Microscopia Eletrônica de Transmissão).

Metodologia

Primeiramente é necessária a preparação da amostra: deve-se produzir uma solução de PVA diluído em água na proporção de 1g de PVA para cada 100mL de água em um béquer de Teflon. É necessário que se misture bem e com cuidado. Em seguida leva-se a solução para aquecimento a 100°C (o ideal é que seja colocado em banho-maria pois assim a temperatura é mantida constante em 100°C), sem esquecer de deixar incessantemente misturando com o auxílio de um “peixinho” até virar um gel com boa viscosidade (demora aproximadamente 3h-4h).

Após o preparo do PVA, é feita ou uma ou duas soluções dependendo da seqüência de mistura que se pretende empregar. Foi empregado o Nitrato de Magnésio e o Nitrato de Níquel com o peso total igual ao do PVA usado anteriormente e diluído em 70mL de água. O cálculo das massas de cada nitrato foi feito de modo que ao final da reação com 100% de

aproveitamento, se tenha 50% em massa de Óxido de magnésio e 50% em massa de Níquel metálico. No caso do preparo de duas soluções distintas, os dois nitratos metálicos são dissolvidos em dois béqueres diferentes, cada um com 70mL de água. A massa de cada nitrato foi calculada da mesma forma já mencionada. As soluções de nitratos são distintas para permitir que sejam adicionados em momentos distintos ao gel.

Adiciona-se a(s) solução(ões) no gel e mistura-se até que se torne um gel menos viscoso, com cor esverdeada e bem homogêneo. Torna-se a aquecer a uma temperatura de 100°C, também em banho-maria e com o “peixinho” mantendo uma agitação constante até que endureça.

Então, o mesmo é levado a um forno de atmosfera controlada podendo então variar a temperatura de 500-1000°C e/ou também o tempo de permanência no forno. De modo que o PVA sofra combustão e sobre apenas Óxido de Magnésio, Óxido de Níquel e, dependendo das condições da atmosfera, Níquel metálico. Procura-se obter uma condição de tratamento térmico que produza a maior quantidade possível de níquel metálico com o menor tamanho dos cristaltos dos constituintes do compósito de (Mg,Ni)O+Ni.

As amostras foram caracterizadas por difração de raio-x empregando o método de Rietveld, MEV e MET.

As amostras que foram produzidas e foram ao forno a uma temperatura de 600°C para comparação do padrão seguido, com variações no tempo de aquecimento. Foram escolhidos tempos de 15, 30, 60, 120, 240 minutos para avaliações. Já para a variação de temperatura foram escolhidas 600, 700, 800, 900 e 1000°C e foram levadas ao forno por um tempo de 15 minutos. E por fim, no teste da variação de intervalo de adição usa-se como ponto de partida 15 minutos sempre dobrando até 240 minutos de intervalo, podendo variar juntamente com os outros fatores.

Conclusão

Os resultados mostram que as temperaturas mais baixas e o tempo de aquecimento de por volta de 15 minutos são as melhores condições para produção do material com rendimento esperado de 50% de níquel metálico. Isto é devido ao maior rendimento do Ni metálico e aos menores tamanhos de grão de MgO. Elevados tempos de aquecimento e temperaturas ajudam a oxidação no níquel e favorecem a solubilização do níquel no óxido de magnésio, conseqüentemente não são de interesse pois o ideal é que não aja oxidação qualquer de níquel.

Referência

JIANG, H., LI, H., XU, H., ZHANG, Y.; Preparation of Ni/MgxTi1 – xO catalysts and investigation on their stability in tri-reforming of methane; Fuel Processing Technology 88, 988-995, 2007.