

102-091

EFEITO DO EXCESSO DE UREIA NA SÍNTESE VIA COMBUSTÃO ASSISTIDA POR MICRO-ONDAS SOBRE AS PROPRIEDADES TEXTURAS E ESTRUTURAS DO $MgAl_2O_4$

Carvalho, L.S.(1); Melo, V.R.M.(2); Ruiz, D.P.(3); Sobrinho, E.V.(2); Melo, D.M.A.(2); Instituto Federal da Bahia(1); Universidade Federal do Rio Grande do Norte(2); Universidad de Concepción(3); Universidade Federal do Rio Grande do Norte(4); Universidade Federal do Rio Grande do Norte(5);

Devido às suas características únicas, como alto ponto de fusão, alta resistência a ataques químicos, boa resistência mecânica e térmica, excelentes propriedades ópticas, além de baixos coeficientes de expansão térmica, o espinélio de aluminato de magnésio, $MgAl_2O_4$, tem encontrado diversas aplicações, que vão desde adsorvente e componente de materiais refratários, até o uso como catalisador e suporte para catalisadores metálicos. Para esta última aplicação, destacam-se como propriedades importantes a sua baixa acidez, alta estabilidade térmica e boa interação com os metais componentes da fase ativa. O aluminato de magnésio deve, portanto, apresentar características adequadas ao seu uso, tais como alta pureza, homogeneidade química, partículas de pequeno tamanho e com distribuição de tamanho uniforme. O método de preparação tem influência significativa na definição dessas propriedades. Muitas técnicas têm sido utilizadas na síntese de $MgAl_2O_4$, mas muitas delas envolvem temperaturas de calcinação e tempos de preparação elevados. No entanto, a síntese por meio de combustão assistida por micro-ondas tem se mostrado bastante promissora, pois é simples, rápida e permite a obtenção de materiais puros e nanocristalinos. Uma vez que quantidade de combustível utilizada pode influenciar na queima efetiva dos reagentes e, portanto, na produção de um material mais homogêneo e com mais elevado grau de pureza, neste trabalho foi avaliado o efeito da quantidade de ureia adicionada nas características texturais e estruturais do aluminato de magnésio, obtido por síntese de combustão assistida por micro-ondas. Os sólidos foram preparados por dissolução completa das quantidades estequiométricas dos precursores, nitrato de magnésio e nitrato de alumínio, e do combustível orgânico, a ureia, em água destilada, sob aquecimento brando, antes da exposição à radiação de micro-ondas. A combustão ocorreu após 2-3 min de irradiação em potência média-alta, com liberação de fumaça branca, formação de chama e, em seguida, de um sólido branco espumoso. Foram realizadas sínteses com adição de ureia na faixa de 1,0 a 2,5 vezes a quantidade estequiométrica requerida. Os resultados de análise termogravimétrica (TGA) mostraram perda de massa muito mais alta no caso das amostras preparadas com mais baixas quantidades de ureia, que foi relacionada à perda de umidade e decomposição de compostos contaminantes, oriundos de reação incompleta. Por outro lado, observou-se uma perda de massa de cerca de 3%, na faixa de 20 a 600°C, com o aquecimento da amostra obtida com adição de 2,5 vezes a quantidade de ureia. Esse valor de perda de massa foi equivalente àquele apresentado por uma das amostras, quando calcinada a 900°C. Os difratogramas de raios X indicaram que houve a formação de espinélio de aluminato de magnésio em todos os casos, mas o grau de cristalinidade aumentou com a quantidade de combustível adicionada durante a preparação. O material obtido com 2,5 vezes a quantidade estequiométrica de ureia foi o que apresentou os picos mais bem definidos, mais estreitos e com as mais altas intensidades. Concluiu-se, então, que a quantidade de combustível que foi utilizada na síntese de combustão assistida por micro-ondas, afetou as características do pó, de modo que um material mais puro, mais cristalino (tamanho de cristalito de 40 nm) e mais estável foi obtido com o uso de uma quantidade de ureia na reação 2,5 vezes maior do que a estequiométrica. O emprego de combustível em excesso durante a preparação é, portanto, vantajoso, pois elimina a necessidade da etapa de calcinação, em temperaturas elevadas, que é usada para fins de estabilização da fase de espinélio e melhoria da cristalinidade do sólido. O próprio calor gerado durante o processo de queima é suficiente para promover a cristalização de nanopartículas.