

# Síntese e caracterização do espinélio $\text{MgAl}_2\text{O}_4$

Buffon, E.<sup>1</sup>; Profeti, D.<sup>1</sup>; Profeti, L. P. R.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Departamento de Química e Física, Centro de Ciências Agrárias, Universidade Federal do Espírito Santo, Alegre, ES, Brasil

## Resumo

O  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  é um material policristalino bastante utilizado devido à uma combinação de propriedades interessantes, tais como boa resistência mecânica e alta estabilidade na presença de soluções ácidas ou básicas. Devido ao caráter básico de sua superfície, o  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  pode ser utilizado como catalisador heterogêneo para a reação de produção de biodiesel. Dentro deste contexto, neste trabalho foi preparado o aluminato de magnésio pelo método de impregnação úmida de  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  com solução aquosa de  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  e calcinado a 900 °C sob fluxo de ar por 5 horas. O material obtido foi caracterizado pelas técnicas de Difração de Raios-X (DRX), Espectroscopias nas regiões do infravermelho (FTIR) e UV-vís. Os resultados mostraram que o método de preparação proporcionou a formação da fase espinélio de estrutura cúbica. Contudo, o sólido formado contém fases referentes ao MgO e  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  não convertidos.

Keywords (Palavras chaves):  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ , Síntese, Caracterização

## 1. Introdução

O crescente avanço do desenvolvimento tecnológico estimula a busca por materiais que possuam propriedades que permitam aplicações em diversas áreas. Neste contexto, o aluminato de magnésio ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ) é um material que possui boa combinação de propriedades, tais como alta temperatura de fusão, boa resistência mecânica, baixa constante dielétrica e alta estabilidade na presença de soluções ácidas ou básicas. Tais características fazem com que o  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  seja adequado para diversas aplicações nas indústrias química, cerâmica, metalúrgica e elétrica [1].

Considerando aplicações em processos químicos industriais, o  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  possui propriedades que o torna um potencial catalisador para reações de transesterificação de óleos vegetais com álcoois de cadeia curta, visando à produção de biodiesel. Devido ao caráter básico de sua superfície, o  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  pode ser utilizado como catalisador heterogêneo da reação e reduzir custos associados ao processo convencional de produção de biodiesel via catálise homogênea, facilitando a separação e purificação do combustível [2].

Dentro deste contexto, o objetivo deste trabalho foi preparar o aluminato de magnésio pelo método de impregnação e caracterizar quanto à sua estrutura visando a posterior aplicação deste material como catalisador de reações de transesterificação.

## 2. Metodologia

O aluminato de magnésio foi preparado pelo método de impregnação úmida de  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  com solução aquosa de  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (razão molar Mg:Al = 1:2), seguido por evaporação do solvente sob pressão reduzida em um evaporador rotativo [3]. O material foi seco em estufa a 90 °C por 12 horas e posteriormente calcinado a 900 °C sob fluxo de ar por 5 horas. Antes da preparação, a  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  foi peneirada e classificada com granulometria entre 60 e 80 mesh. Além disso, a  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  foi tratada termicamente a 550 °C por 3 horas sob fluxo de ar para remover contaminantes adsorvidos.

O material obtido foi caracterizado por Difração de Raios-X (DRX) usando a radiação  $K\alpha$  do Cu (1,5406 Å), Espectroscopias nas regiões do infravermelho (FTIR) e UV-vís.

## 3. Resultados e Discussão

A estrutura cristalina do  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  foi investigada por DRX em um intervalo de  $2\theta$  variando entre 10 e 70°. A Figura 1 mostra o difratograma de raios-X obtido para o material calcinado a 900 °C onde se observam os picos de difração em  $2\theta = 19, 31, 36, 45, 60$  e  $65^\circ$ , os quais correspondem, respectivamente, aos planos (111), (220), (311), (422), (511) e (440) da fase espinélio de estrutura cúbica do aluminato de magnésio (JCPDS 74-1132).

Picos referentes às fases cristalinas da  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  e MgO também foram encontrados indicando que o método de preparação não proporcionou somente a formação da estrutura  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ . Tal fato já era esperado uma vez

que a transformação de  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  no espinélio  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  requer a difusão do magnésio no interior da estrutura cristalina da  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  e rearranjo dos íons alumínio e magnésio entre os sítios intersticiais octaédricos e tetraédricos. Contudo, na prática, os espinélio dificilmente existem com 100% de ordenação em sua estrutura, pois existe uma probabilidade finita, baseada em equilíbrio termodinâmico, do íon magnésio ocupar um sítio octaédrico normalmente ocupado pelo íon alumínio [4].

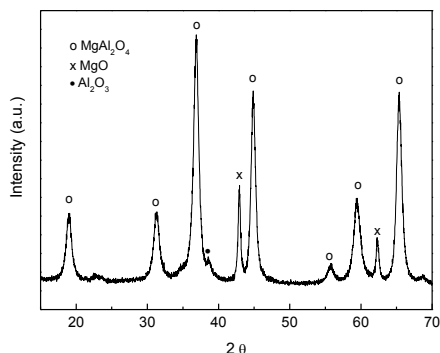


Figura 1: Difratoograma de raios-X do aluminato de magnésio.

O espectro obtido na região do infravermelho entre 4000 e 400  $\text{cm}^{-1}$  está mostrado na Figura 2. A banda de absorção entre 3200-3700  $\text{cm}^{-1}$  corresponde ao estiramento O-H da molécula de  $\text{H}_2\text{O}$  e o pico em torno de 2370  $\text{cm}^{-1}$  é atribuído ao  $\text{CO}_2$  que pode estar adsorvido nos sítios básicos superficiais do  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ . As bandas de absorção presentes entre 1000 e 400  $\text{cm}^{-1}$  são atribuídas às ligações Metal-Oxigênio (M-O-M) [3]. Os picos localizados nas frequências entre 550 e 700  $\text{cm}^{-1}$  são atribuídos aos grupos  $[\text{AlO}_6]$  e à vibração de estiramento da ligação Mg-O, indicando a presença do espinélio  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  [5].

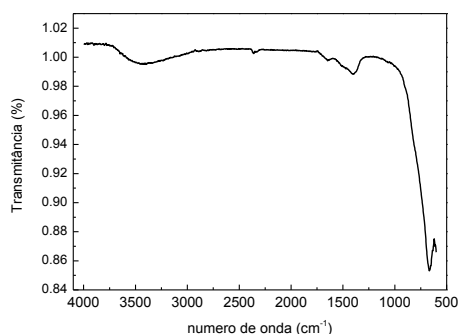


Figura 2: Espectro de FTIR do aluminato de magnésio.

O espectro obtido na região do UV-vis. está mostrado na Figura 3, onde observa-se banda de absorção na região próxima à região da luz visível, a qual pode ser atribuída à transição de carga  $\text{O}^{2-} \rightarrow \text{Al}^{3+}$  devido à excitação dos elétrons da banda de valência do

oxigênio (2p) para a banda de condução do alumínio (3d), confirmando a presença do composto formado [6].

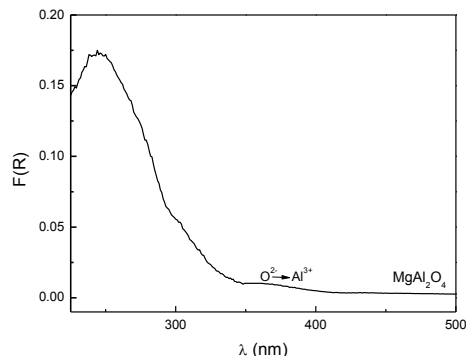


Figura 3: Espectro de UV-vis. do aluminato de magnésio.

## 4. Conclusão

Neste trabalho foi sintetizado o  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  por impregnação úmida da  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  com nitrato de magnésio. O método de preparação proporcionou a formação da fase espinélio de estrutura cúbica confirmada pelo difratograma de raios-X. Contudo, o sólido formado contém fases referentes ao  $\text{MgO}$  e  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  não convertidos.

## 5. Agradecimentos

Os autores agradecem a Fundação de Amparo a Pesquisa do Espírito Santo (FAPES) pelo auxílio concedido e ao Programa Institucional de Iniciação Tecnológica da Universidade Federal do Espírito Santo.

## 6. Referências

- [1] NUERNBERG, G. D.B.; FOLETTO, E. L.; PROBST, L. F.D.; CAMPOS, C. E.M.; CARREÑO, N. L.V.; MOREIRA, M. A. Chem. Eng. J., v.193-194, p. 211-214, 2012.
- [2] SUN, J.; YANG, J.; LI, S.; XU, X. Catal. Commun., v. 52, p. 1-4, 2014.
- [3] LIN, K.-S.; CHOWDHURY, S.; SHEN, C.-C.; YEH, C.-T. Catal. Today, v.136, p. 281-290, 2008.
- [4] SHARMA, Y.; SHARMA, N.; SUBBA RAO, G.V.; CHOWDARI, B.V.R. Solid State Ionics, v.179, p.587-597, 2008.
- [5] CHANDRADASS, J.; KIM, K. H. J. Ceram. Process. Res., v. 11, p. 96-99, 2010.
- [6] NASSAR, M.Y.; AHMED, I. S.; SAMIR, I. Spectrochim. Acta, *in press*.