SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE CATALISADORES DE NI SUPORTADOS EM Nb₂O₅ PARA CONVERSÃO DE CELULOSE

Heloise Carrer*, Glauco F. Leal, Dean H. Barrett, Cristiane B. Rodella

Resumo

A conversão catalítica da celulose em biocombustíveis e produtos químicos é uma das rotas mais promissoras para a viabilidade econômica das biorrefinarias. O trabalho fundamenta-se na síntese de catalisadores de níquel suportados em Nb₂O₅, visando investigar a influência de parâmetros de síntese nas propriedades físicas, químicas e morfológicas do catalisador para ser ativo na reação de conversão da celulose.

Palavras-chave

Catálise heterogênea, Nb₂O₅, Difração de raios X.

Introdução

A celulose é a biomassa mais abundante na Terra e pode ser transformada via catálise heterogênea em produtos de maior valor agregado¹. Primeiramente, a celulose deve ser hidrolisada em glicose e posteriormente passar por reações de hidrogenação e/ou hidrogenólise. O Brasil possui a maior reserva de nióbio do mundo e é líder na produção e exportação do metal. O óxido de nióbio tem mostrado grande potencial para aplicação em conversão da celulose devido as suas propriedades ácidas, que promovem reações de hidrólise². Já metais como Ni, pode promover a hidrogenação da glicose. No entanto, as propriedades texturais e estruturais da nióbia precisam ser otimizadas para serem resistentes às condições de pressão e temperatura às quais será submetida nas reações catalíticas. Deste modo, o objetivo deste trabalho é o estudo da influência de parâmetros de síntese nas propriedades estruturais da Nb₂O₅ e redução das espécies de Ni suportadas.

Resultados e Discussão

As amostras de Nb₂O₅ com controle de forma foram preparadas dissolvendo-se o precursor oxalato de amoniacal de nióbio em água destilada e peróxido de hidrogênio (10 mols de H₂O₂/mol de Nb). A solução foi submetida ao hidrotérmico em temperaturas diferentes (125°C, 150°C, 175°C e 200°C por 15 h) para cristalização da fase de interesse. O precipitado branco (Nb₂O₅) obtido foi lavado centrifugado para retirada das impurezas, e seco em estufa³. A equação abaixo descreve a reação de síntese de Nb₂O₅:

A partir da Figura 1 observou-se que quanto maior a temperatura de síntese, mais cristalino foi o material. O pico de difração em torno de 2θ = 22,5° indica orientação preferencial devido a formação dos nanobastões de Nb₂O₅. Além disso, observou-se que este pico foi mais intenso quanto maior foi a temperatura de síntese, o que sugere que maiores temperaturas favorecem a formação dos nanobastões.

A Tabela 1 apresenta os dados de experimentos *in situ* de redução acompanhados por DRX. Observou-se que independente do suporte, as temperaturas de redução de Ni e cristalização de nióbia foram aproximadamente iguais. Outro fato a ser destacado é que a redução das espécies

de Ni ocorreram em temperaturas relativamente baixas (~200°C).

Figura 1. Análise por DRX de Nb₂O₅ sintetizada a 125°C, 150°C, 175°C e 200°C.

Tabela 1. Redução das espécies de níquel depositadas em nióbia por DRX *in situ*.

Amostra	Temperatura Transição Fase Cristalina		
	Redução de Ni	TT-Nb ₂ O ₅	T-Nb ₂ O ₅
10%Ni-Nb ₂ O ₅ (sint. 150°C)	202°C	379°C	450°C
10%Ni-Nb ₂ O ₅ (sint. 175°C)	203°C	370°C	459°C

Conclusões

Concluiu-se que o aumento da temperatura de síntese da nióbia acarreta em uma maior cristalinidade do material. Porém estes parâmetros de síntese não influenciam na temperatura de transição de fase cristalina e de redução de níquel.

Agradecimentos

A FAPESP pela bolsa concedida e ao LNLS pela estrutura e staff disponibilizados.

¹ Rinaldi, R.; Schüth, F. ChemSusChem. **2009**, 3, 1096.

² Nakajima, K.; Baba, Y.; Noma, R.; Kitano, M.; Kondo, J.; *et al.* J. Am. Chem. Soc. **2011**, 133, 4224.

³ Lopes, O. F.; Paris, E. C.; Ribeiro, C. Applied Catalysis B: Environmental. **2014**, 144, 800-808.