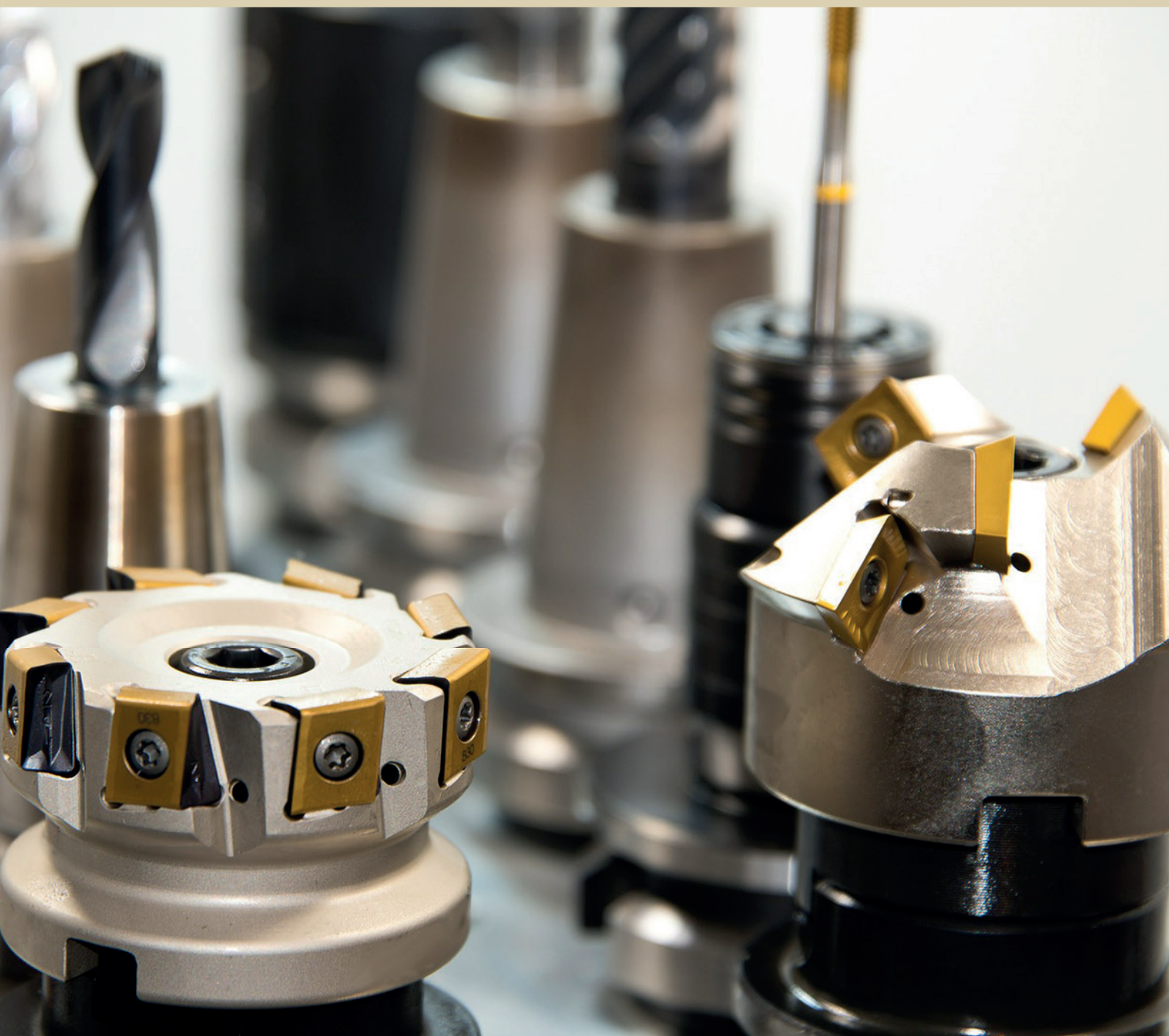


Ciência e Engenharia de Materiais

Marcia Regina Werner Schneider Abdala
(Organizadora)



 **Atena**
Editora

Ano 2018

MARCIA REGINA WERNER SCHNEIDER ABDALA

(Organizadora)

Ciência e Engenharia de Materiais

Atena Editora

2018

2018 by Atena Editora

Copyright © da Atena Editora

Editora Chefe: Profª Drª Antonella Carvalho de Oliveira

Diagramação e Edição de Arte: Geraldo Alves e Natália Sandrini

Revisão: Os autores

Conselho Editorial

- Prof. Dr. Alan Mario Zuffo – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul
Prof. Dr. Álvaro Augusto de Borba Barreto – Universidade Federal de Pelotas
Prof. Dr. Antonio Carlos Frasson – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Prof. Dr. Antonio Isidro-Filho – Universidade de Brasília
Profª Drª Cristina Gaio – Universidade de Lisboa
Prof. Dr. Constantino Ribeiro de Oliveira Junior – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Profª Drª Daiane Garabeli Trojan – Universidade Norte do Paraná
Prof. Dr. Darllan Collins da Cunha e Silva – Universidade Estadual Paulista
Profª Drª Deusilene Souza Vieira Dall’Acqua – Universidade Federal de Rondônia
Prof. Dr. Eloi Rufato Junior – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Prof. Dr. Fábio Steiner – Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul
Prof. Dr. Gianfábio Pimentel Franco – Universidade Federal de Santa Maria
Prof. Dr. Gilmei Fleck – Universidade Estadual do Oeste do Paraná
Profª Drª Girlene Santos de Souza – Universidade Federal do Recôncavo da Bahia
Profª Drª Ivone Goulart Lopes – Istituto Internazionele delle Figlie de Maria Ausiliatrice
Profª Drª Juliane Sant’Ana Bento – Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Prof. Dr. Julio Candido de Meirelles Junior – Universidade Federal Fluminense
Prof. Dr. Jorge González Aguilera – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul
Profª Drª Lina Maria Gonçalves – Universidade Federal do Tocantins
Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte
Profª Drª Paola Andressa Scortegagna – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Profª Drª Raissa Rachel Salustriano da Silva Matos – Universidade Federal do Maranhão
Prof. Dr. Ronilson Freitas de Souza – Universidade do Estado do Pará
Prof. Dr. Takeshy Tachizawa – Faculdade de Campo Limpo Paulista
Prof. Dr. Urandi João Rodrigues Junior – Universidade Federal do Oeste do Pará
Prof. Dr. Valdemar Antonio Paffaro Junior – Universidade Federal de Alfenas
Profª Drª Vanessa Bordin Viera – Universidade Federal de Campina Grande
Profª Drª Vanessa Lima Gonçalves – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Prof. Dr. Willian Douglas Guilherme – Universidade Federal do Tocantins

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) (eDOC BRASIL, Belo Horizonte/MG)

C569 Ciência e engenharia de materiais [recurso eletrônico] / Marcia Regina Werner Schneider Abdala. – Ponta Grossa (PR): Atena Editora, 2018. – (Ciência e Engenharia de Materiais; v. 1)

Formato: PDF

Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader

Modo de acesso: World Wide Web

Inclui bibliografia

ISBN 978-85-85107-62-8

DOI 10.22533/at.ed.628183010

1. Engenharia. 2. Materiais I. Abdala, Marcia Regina Werner Schneider. II. Série.

CDD 620.11

Elaborado por Maurício Amormino Júnior – CRB6/2422

O conteúdo dos artigos e seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de responsabilidade exclusiva dos autores.

2018

Permitido o download da obra e o compartilhamento desde que sejam atribuídos créditos aos autores, mas sem a possibilidade de alterá-la de nenhuma forma ou utilizá-la para fins comerciais.

www.atenaeditora.com.br

APRESENTAÇÃO

Você já percebeu a importância dos materiais na sua vida diária? Os materiais estão provavelmente mais imersos na nossa cultura do que a maioria de nós imagina. Diferentes segmentos como habitação, saúde, transportes, segurança, informação/comunicação, vestuário, entre outros, são influenciados em maior ou menor grau pelos materiais.

De fato a utilização dos materiais sempre foi tão importante que os períodos antigos eram denominados de acordo com os materiais utilizados pela sociedade primitiva, como a Idade da Pedra, Idade do Bronze, Idade do Ferro, etc.

A humanidade está em constante evolução, e os materiais não são exceções. Com o avanço da ciência e da tecnologia a cada dia surgem novos materiais com características específicas que permitem aplicações pormenorizadas e inovação nas mais diferentes áreas.

Todos os dias centenas de pesquisadores estão atentos ao desenvolvimento de novos materiais e ao aprimoramento dos existentes de forma a integrá-los em tecnologias de manufatura economicamente eficientes e ecologicamente seguras.

Estamos entrando em uma nova era caracterizada por novos materiais que podem tornar o futuro mais fácil, seguro e sustentável. O campo da Ciência e Engenharia de Materiais aplicada está seguindo por novos caminhos. A iminente escassez de recursos está exigindo inovações e ideias criativas.

Nesse sentido, este livro evidencia a importância da Ciência e Engenharia de Materiais, apresentando uma coletânea de trabalhos, composta por quatro volumes, que permitem conhecer mais profundamente os diferentes materiais, mediante um exame das relações entre a sua estrutura, as suas propriedades e o seu processamento.

Considerando que a utilização de materiais e os projetos de engenharia mudam continuamente e que o ritmo desta mudança se acelera, não há como prever os avanços de longo prazo nesta área. A busca por novos materiais prossegue continuamente...

Boa leitura!

Marcia Regina Werner Schneider Abdala

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1	1
COMPÓSITOS AL ₂ O ₃ -ZRO ₂ : PROCESSAMENTO E PROPRIEDADES MECÂNICAS	
<i>João Domingos Covello Carregosa</i>	
<i>Luiz Fernando Grespan Setz</i>	
<i>Rosane Maria Pessoa Betânio Oliveira</i>	
CAPÍTULO 2	16
PROPRIEDADES DE ÓXIDO DE CÉRIO OBTIDO VIA SÍNTESE HIDROTERMAL ASSISTIDA POR MICRO-ONDAS	
<i>João Domingos Covello Carregosa</i>	
<i>Rosane Maria Pessoa Betânio Oliveira</i>	
CAPÍTULO 3	25
AL ₂ O ₃ REFORÇADO COM NANOPARTÍCULAS DE ZRO ₂ (3%MOL Y ₂ O ₃)	
<i>Caio Marcello Felbinger Azevedo Cossú</i>	
<i>Claudinei dos Santos</i>	
<i>Manuel Fellipe Rodrigues Paes Alves</i>	
<i>Leonardo Queiroz Bueno Campos</i>	
<i>Bruno Galvão Simba</i>	
<i>Roberto de Oliveira Magnago</i>	
CAPÍTULO 4	42
EFEITO DA ADIÇÃO DO RESÍDUO DE POLIMENTO DE PORCELANATO NAS PROPRIEDADES DE BLOCOS CERÂMICOS	
<i>Geovana Lira Santana</i>	
<i>Manoel da Cruz Barbosa Neto</i>	
<i>Ricardo Peixoto Suassuna Dutra</i>	
<i>Daniel Araújo de Macedo</i>	
<i>Lizandra Fernanda Araújo Campos</i>	
CAPÍTULO 5	51
ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA PROPORÇÃO DO SUBSTITUINTE CÁLCIO NA ATIVIDADE CATALÍTICA NA REDE DA PEROVSKITA LA _(1-x) CA _(x) MNO ₃ (X=0,2 E 0,4)	
<i>Anderson Costa Marques</i>	
<i>Mariza de Carvalho Montenegro Fernandes</i>	
<i>Cássia Carla de Carvalho</i>	
<i>Ana Karenina de Oliveira Paiva</i>	
<i>Filipe Martel de Magalhães Borges</i>	
<i>Felipe Olobardi Freire</i>	
<i>Alexandre de Sousa Campos</i>	
<i>Juan Alberto Chaves Ruiz</i>	
CAPÍTULO 6	61
INCORPORAÇÃO DO ÓXIDO DE MAGNÉSIO NA ZEÓLITA MCM-22 UTILIZANDO A TÉCNICA DE IMPREGNAÇÃO POR COMPLEXAÇÃO	
<i>André Miranda da Silva</i>	
<i>Vitória de Andrade Freire</i>	
<i>Caroline Vasconcelos Fernandes</i>	
<i>Franciele Oliveira Costa</i>	
<i>Bianca Viana de Sousa</i>	

CAPÍTULO 7 69

AVALIAÇÃO DA ADIÇÃO DO PÓ DE RESÍDUO DE MANGANÊS EM MATRIZ CERÂMICA PARA REVESTIMENTO

Ana Claudia Rangel da Conceição
Eval Oliveira Miranda Junior
Helen Fernandes de Sousa
Olímpio Baldoino da Costa Vargens Neto
Victor Antunes Silva Barbosa
Oswaldo Cruz Santos
Mirtânia Antunes Leão

CAPÍTULO 8 81

ANÁLISE DO CUSTO DE FABRICAÇÃO BASEADO NA GEOMETRIA DE PEÇAS CERÂMICAS USANDO ERP - ESTUDO DE CASO EM MPE

Suellen de Mendonça Terroso Ferreira Jacoboski
Marcia Silva de Araujo
José Alberto Cerrí

CAPÍTULO 9 93

SÍNTESE TERMAL DE PENEIRA MOLECULAR DE ÓXIDO DE MN K-OMS-2 A PARTIR DE K-BIRNESSITA OBTIDA PELO MÉTODO SOL-GEL

Bruno Apolo Miranda Figueira
Dayane dos Santos Rezende
Kássia Lene Lima Marinho
Milena Carvalho de Moraes
Gilvan Pereira de Figueiredo
José Manuel Rivas Mercury

CAPÍTULO 10 99

COMPARAÇÃO DE DIFERENTES TÉCNICAS DE INCORPORAÇÃO DO ÓXIDO DE COBALTO NA PENEIRA MOLECULAR SBA-15

Franciele Oliveira Costa
Jonas Santana Albuquerque
Bianca Viana de Sousa

CAPÍTULO 11 109

ATIVAÇÃO POR CALCINAÇÃO DO ÓXIDO DE ZIRCÔNIA UTILIZANDO DIFERENTES TEMPERATURAS INCORPORADO NA PENEIRA MOLECULAR MCM-41

Maria Rosiane de Almeida Andrade
Carlos Eduardo Pereira
José Jaílson Nicácio Alves
Bianca Viana de Sousa Barbosa

CAPÍTULO 12 119

PROCEDIMENTOS NA SIMULAÇÃO MATEMÁTICA PARA DETERMINAÇÃO DE VALORES E MAXIMIZAÇÃO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS DE NOVOS MATERIAIS CERÂMICOS

José Vidal Nardi
Aline Souza Lopes Ventura Nardi

CAPÍTULO 13 136

PRODUÇÃO DE HIDRÓXIDO DE CÁLCIO A PARTIR DE RESÍDUO DA PEDRA CARIRI VISANDO SUA APLICAÇÃO EM BIOMATERIAIS

Tiago Maia Esmeraldo Alves
Ana Cândida de Almeida Prado

CAPÍTULO 14..... 148

SÍNTESE DE NANOCATALISADORES CERÂMICOS DE COMPOSIÇÃO $Zr_{1-x}Ce_xO_2$ PARA PRODUÇÃO DE COMBUSTÍVEL GASOSO ECOLOGICAMENTE CORRETO

Pedro Henrique Pinheiro Lima
Gislayne Rayane Alves da Silva
Francisco Natanael Félix Barbosa
Maria Isabel Brasileiro
Laédna Souto Neiva

SOBRE A ORGANIZADORA 159

COMPARAÇÃO DE DIFERENTES TÉCNICAS DE INCORPORAÇÃO DO ÓXIDO DE COBALTO NA PENEIRA MOLECULAR SBA-15

Franciele Oliveira Costa

Universidade Federal de Campina Grande –
UFCG, Departamento de Engenharia Química,
Campina Grande – PB.

Jonas Santana Albuquerque

Universidade Federal de Campina Grande –
UFCG, Departamento de Engenharia Química,
Campina Grande – PB.

Bianca Viana de Sousa

Universidade Federal de Campina Grande –
UFCG, Departamento de Engenharia Química,
Campina Grande – PB.

RESUMO: Os catalisadores de cobalto são muito utilizados em reações catalíticas por apresentarem alta atividade, seletividade a hidrocarbonetos pesados e resistência à desativação. A estrutura desses catalisadores é controlada pelas propriedades do suporte e pelo método de preparação e interação do metal com o mesmo. Este trabalho teve por objetivo avaliar a técnica de impregnação mais adequada para incorporação do óxido de cobalto na peneira molecular SBA-15, visando à obtenção de um catalisador mais ativo e seletivo em reações catalíticas do tipo Fischer-Tropsch. A incorporação do óxido de cobalto na peneira molecular SBA-15 foi realizada através da impregnação por saturação de volume de poros e por via úmida. A partir dos resultados

obtidos, pode-se dizer que a impregnação por saturação de volume de poros é a mais adequada para incorporação do óxido de cobalto na peneira molecular SBA-15, devido à presença de partículas menores e uma maior área de superfície específica.

PALAVRAS-CHAVE: Cobalto, SBA-15, Impregnação.

ABSTRACT: The cobalt catalysts are widely used in catalytic reactions because they have high activity, selectivity to heavy hydrocarbons and resistance to deactivation. The structure of these catalysts is controlled by the properties of the support and the method of preparation and metal interaction therewith. This work aimed to evaluate the most suitable impregnation technique for incorporation of cobalt oxide in the molecular sieve SBA-15, in order to obtain a more active catalyst and selective catalytic reactions in the Fischer-Tropsch type. The incorporation of cobalt oxide in the SBA-15 molecular sieve was performed by impregnating saturation of pore volume and wet. From the results obtained, it can be said that the impregnation pore volume saturation is more appropriate for incorporation of cobalt oxide in the molecular sieve SBA-15, due to the presence of smaller particles and a higher specific surface area.

KEYWORDS: Cobalt, SBA-15, Impregnating.

1 | INTRODUÇÃO

Os catalisadores para Fischer-Tropsch são normalmente constituídos de duas partes: uma fase ativa, geralmente um metal com propriedades hidrogenantes, tais como rutênio, ferro, cobalto, etc. depositados sobre outra fase que é denominada de suporte, sendo que os mais utilizados são os óxidos de Si, Al, Zr, Mg e Ti (FARIAS, 2012).

Os catalisadores utilizados na reação de Fischer-Tropsch à base de cobalto têm recebido uma maior atenção por apresentarem baixo custo, alta atividade, seletividade e estabilidade para converter gás de síntese em parafinas com elevado peso molecular e com pouca formação de CO₂ ou álcoois.

Para realizar a incorporação do cobalto é necessário um suporte catalítico poroso que tenha uma boa estabilidade térmica e mecânica durante o decorrer da reação. Adicionalmente, a natureza química do suporte determina a redutibilidade do óxido de cobalto para formação de partículas metálicas (CARBALLO, 2012).

Dentro da família SBA de materiais, a peneira molecular SBA-15 vem recebendo maior atenção da comunidade científica em decorrência da sua estrutura mesoporosa unidirecional, seu elevado diâmetro médio de poros e da sua grande estabilidade térmica e hidrotérmica (LUZ Jr, et. al, 2010). Os seus mesoporos, ordenados hexagonalmente e interligados por microporos, possibilitam o alojamento ou a difusão de grandes moléculas o que confere a este material uma grande potencialidade na catálise (DAO, et. al, 2008; FORNÉS et. Al, 2003).

Como os sítios metálicos de cobalto (Co⁰) são as espécies ativas no suporte catalítico, pesquisas atuais estão voltadas a preparar catalisadores com melhores dispersões de metal. Nesse sentido, vias de preparação tais como deposição - precipitação homogênea (BEZEMER, et. al, 2003) adsorção eletrostática de complexos de cobalto (D'SOUZA, et. al, 2008), procedimentos mistos de sol-gel (OKABE, et. al, 2004), síntese a partir de compostos organometálicos ou deposição em fase vapor estão sendo utilizadas para preparar catalisadores com melhores dispersões do metal. Após esta etapa, o catalisador é seco, calcinado e submetido à ativação com fluxo de hidrogênio para gerar a fase metálica ativa. Desse modo, as inter-relações entre a composição do catalisador e as condições de preparação determinam a atividade e seletividade para um dado conjunto de parâmetros reacionais ou de processo (ADESINA, 1996).

A técnica mais utilizada para sintetizar catalisadores incorporados com cobalto é a impregnação, metodologia que consiste em colocar em contato com um suporte sólido um volume de solução contendo o precursor de fase ativa, que, num passo subsequente, é seco para remover o solvente absorvido (CAMPANATI, et. al, 2003). Dois métodos de contato podem ser distinguidos, dependendo da quantidade da solução utilizada. A impregnação por via úmida, envolve o uso de um excesso de solução com respeito ao volume do poro do suporte (LEE, et. al, 1985) e a comumente

utilizada, a impregnação por saturação de volume de poros, que leva em consideração a umidade incipiente (*incipient wetness impregnation*) (PINNA, 1998), ou seja, até a saturação de volume de poros do suporte empregando dissoluções aquosas de sais solúveis (comumente nitratos) dos componentes metálicos que deverão ser suportados. A dissolução dos precursores metálicos penetra na estrutura porosa do suporte mediante forças capilares, de modo que o volume de dissolução utilizada não supere o volume de saturação dos poros do suporte, minimizando-se a deposição dos precursores metálicos na superfície externa das partículas do catalisador. Um tratamento posterior de secagem retira o dissolvente e deposita os precursores metálicos no interior dos poros do suporte. Seguidamente, eles se decompõem em seus correspondentes óxidos, tipicamente mediante um tratamento térmico denominado calcinação (GONZÁLEZ, 2010).

Este trabalho teve como objetivo avaliar a técnica de impregnação mais adequada para incorporação do óxido de cobalto na peneira molecular SBA-15, visando à obtenção de um catalisador mais ativo e seletivo em reações catalíticas do tipo Fischer-Tropsch.

2 | METODOLOGIA

2.1 Síntese da peneira molecular SBA-15

O suporte utilizado na preparação dos catalisadores foi a peneira molecular SBA-15, sintetizada baseada na metodologia descrita por Costa (COSTA, et. Al, 2015).

Inicialmente, o copolímero tribloco Pluronic P₁₂₃, o co-solvente etanol (C₂H₆O) e o ácido clorídrico (HCl – 2 mol.L⁻¹), foram misturados à água destilada (H₂O) e agitados até total dissolução do pluronic – P₁₂₃. Posteriormente, a fonte de sílica, TEOS (Si(OC₂H₅)₄(C₈H₂₀O₄Si)), foi gotejada no meio reacional mantendo-se sob agitação contínua até obter-se uma mistura completamente homogênea. Em seguida, a solução permaneceu sob agitação magnética durante 20 horas a uma temperatura de aproximadamente 35 °C. Ao término das 20 horas, o gel formado foi transferido para autoclaves de inox e levado a uma estufa permanecendo durante 24 horas a aproximadamente 80 °C. Por fim, o material foi resfriado a temperatura ambiente, lavado com água deionizada e seco em estufa a 60 °C, durante 24 horas.

A calcinação da SBA-15 foi realizada em forno de calcinação sob fluxo de ar, da temperatura ambiente até 500 °C com uma rampa de aquecimento de 3 °C.min⁻¹ e com fluxo de 150 mL.gcat⁻¹.min⁻¹, permanecendo nestas condições por 6 horas. Após a obtenção do suporte SBA-15 calcinado, impregnou-se o óxido de cobalto. A incorporação do óxido de cobalto, teor de 20% (em peso), na peneira molecular SBA-15 seguiu duas técnicas diferentes, impregnação por saturação de volume de poros ou via seca e impregnação por via úmida.

2.2 Impregnação pelo método de via úmida

Na impregnação por via úmida, a peneira molecular SBA-15 foi impregnada utilizando uma solução de 0,1 mol/L de nitrato de cobalto hexahidratado ($\text{Co}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$) em contato com uma massa do suporte para se obter um teor nominal de 20% (em peso) de cobalto. Após agitação a temperatura ambiente, a mistura foi seca a 80 °C por 24 horas. Em seguida, o material foi ativado em forno de calcinação com fluxo de ar sendo aquecido até 300 °C, com taxa de 1 °C.min⁻¹ e vazão de 150 mL.gcat⁻¹.min⁻¹, permanecendo nessa temperatura por 3 horas. O material obtido nesta etapa foi nomeado de 20Co/SBA-15_VU.

2.3 Impregnação por saturação de volume de poros

Na impregnação por saturação de volume de poros, a quantidade do nitrato de cobalto hexahidratado ($\text{Co}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$) utilizada foi de acordo com a quantidade do volume de poros do suporte obtida pelo método de BET (1 cm³/g). Inicialmente a peneira molecular SBA-15 foi seca a 100 °C durante 12 horas antes da adição do metal. Subsequentemente, o precursor metálico de cobalto foi impregnado utilizando uma solução contendo a quantidade apropriada de cobalto para se obter um teor nominal de 20% (em peso) de cobalto. A impregnação foi efetuada até ao ponto de umidade incipiente (*incipiente wetness*), em seguida o material foi seco à 60 °C durante 24 horas. Em seguida, o material foi ativado em forno de calcinação com fluxo de ar sendo aquecido até 300 °C, com taxa de 1 °C.min⁻¹ e vazão de 150 mL.gcat⁻¹.min⁻¹, permanecendo nessa temperatura por 3 horas. O material obtido nesta etapa foi nomeado de 20Co/SBA-15_VS.

2.4 Caracterizações

a. Difractometria de Raio X (DRX)

Os dados foram obtidos através do método do pó, realizado em um difratômetro de raios X Shimadzu XRD-6000 com radiação $\text{CuK}\alpha$, operando em uma tensão de 40 kV, corrente 30 mA, tempo por passo de 0,6 s e amostras varridas de $2\theta = 0,5$ a 10° , e $2\theta = 20$ a 90° .

b. Adsorção Física de Nitrogênio – (Método BET)

A técnica de BET nos dá a análise textural da amostra, possibilitando a construção de isotermas de adsorção e dessorção gasosa, das quais extrai-se informações como a área superficial, volume poroso, morfologia e distribuição do tamanho de poros.

3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

A partir do difratograma da peneira molecular SBA-15 apresentado na Figura 1, pode-se confirmar a obtenção da estrutura hexagonal mesoporosa da mesma. A presença de picos característicos, entre $2\theta = 0,75$ e 1° , é uma peculiaridade do material com estrutura bem definida. O pico com elevada intensidade, atribuída à linha de reflexão do plano (1 0 0) e outros com menores intensidade atribuídos à reflexões dos planos (1 1 0) e (2 0 0), são descritos pelos pesquisadores da Universidade de Santa Barbara como característicos da estrutura hexagonal da peneira molecular SBA-15 (ZHAO, et. al, 1998).

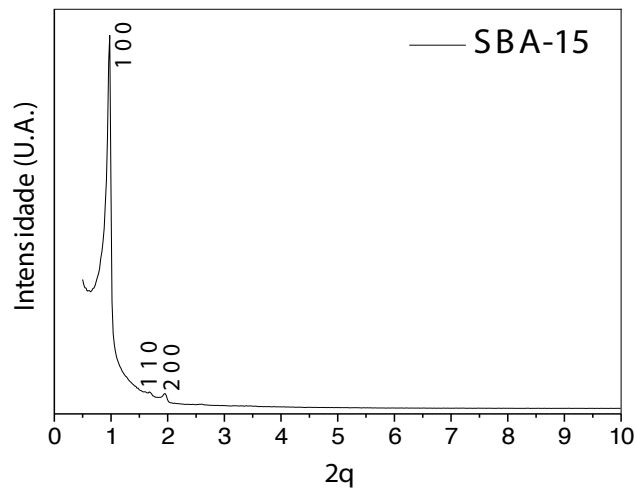


Figura 1. Difratometria de raios-X da peneira molecular SBA-15.

A Figura 2 apresenta os difratogramas do suporte SBA-15 impregnado com 20% de cobalto (em peso) através do método de impregnação por saturação de volume de poros (via seca) e por via úmida.

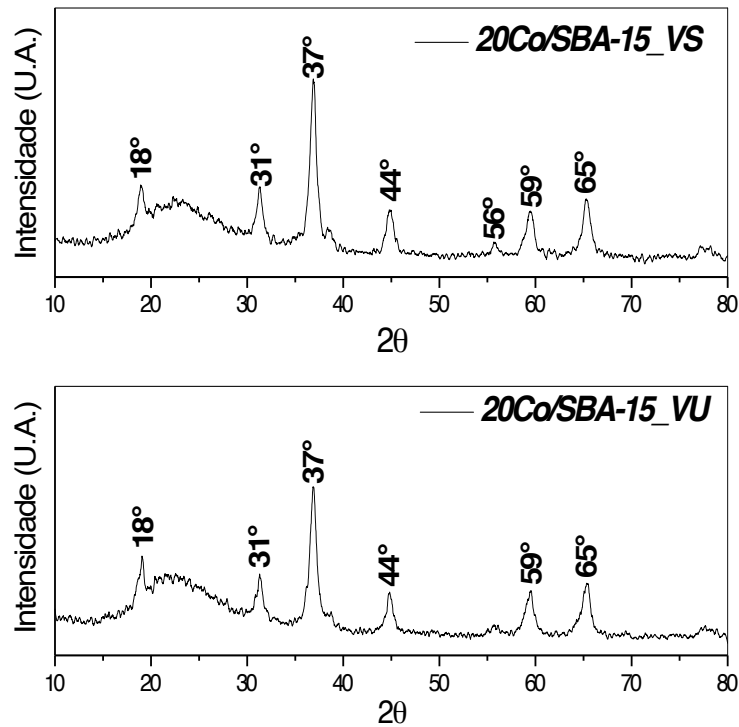


Figura 2. Difractometria de raios-X dos materiais 20Co/SBA-15_VS e 20Co/SBA-15_VU.

Por meio dos difratogramas apresentados na Figura 2 pode-se observar a presença de picos que indicam a formação de espécies Co_3O_4 nos materiais 20Co/SBA-15_VS e 20Co/SBA-15_VU, identificados através das fichas PCPDFWIN. A presença de picos a 18° , 31° , 37° , 44° , 56° , 59° e 65° (Ângulos 2θ) indica que as espécies de cobalto após a calcinação foram principalmente na forma de espinela de Co_3O_4 . O tamanho do cristalito foi calculado a partir dos difratogramas na Figura 2 utilizando o programa *Cristalito* versão 1.0.0 Beta. Obtendo-se um tamanho médio de cristalito de 11,32 nm para amostra 20Co/SBA-15_VS e 21,58 nm para amostra 20Co/SBA-15_VU, pode-se atribuir esses resultados a formação de aglomerados de partículas de cobalto na superfície do suporte SBA-15.

A Figura3 apresenta a isoterma de adsorção e dessorção da peneira molecular SBA-15 utilizada como suporte para os catalisadores do tipo Co/SBA-15.

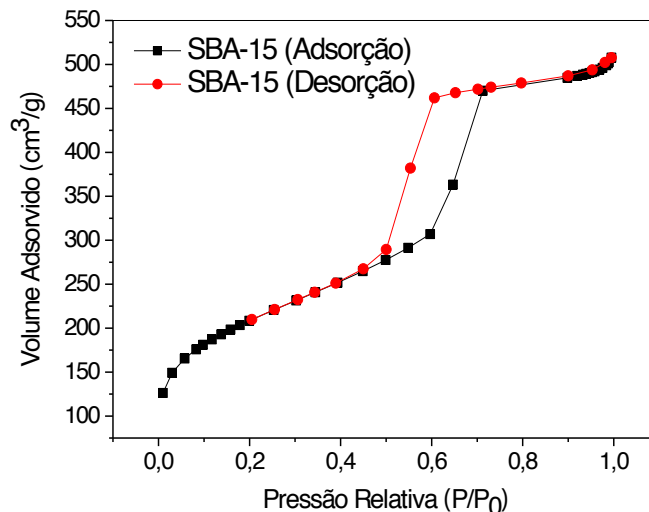


Figura 3. Isotermas de Adsorção-dessorção do suporte SBA-15.

Na Figura 3 pode-se observar uma isoterma do tipo IV, segundo a classificação de Brunauer (BRUNAUER, 1945) este comportamento é característico de materiais mesoporosos.

Três regiões podem ser distinguidas nessa isoterma: a primeira, dada a baixas pressões relativas ($P/P_0 < 0,2$) corresponde à adsorção de N_2 na monocamada; a segunda inflexão dada entre $P/P_0 = 0,4 - 0,8$, ocorre a condensação capilar característica de materiais mesoporosos e a terceira ($P/P_0 > 0,9$), pode ser atribuída a adsorção das multicamadas da superfície externa (SOUSA, 2009). A curva apresentou “loop” de histerese do tipo H_1 à pressões parciais (P/P_0) entre 0,4 – 0,8, característica de materiais com sistema de poros cilíndricos, ou feitos a partir de agregados ou aglomerados de partículas esferoidais com poros de tamanhos uniformes que se apresentam de acordo com a *Internacional Union of Pure and Applied Chemistry- IUPAC* (SING, et. al, 1985).

A Figura 4 apresenta a isoterma de adsorção dos catalisadores 20Co/SBA-15_VS e 20Co/SBA-15_VU.

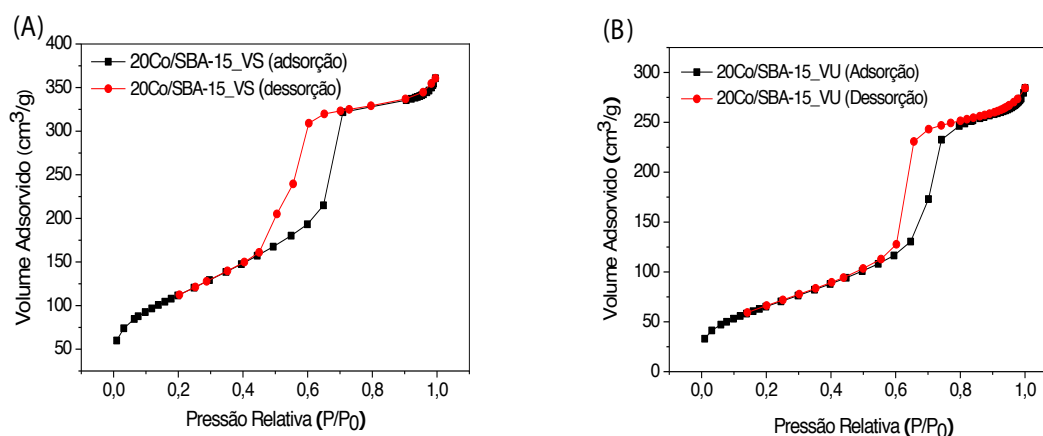


Figura 4. Isotermas de Adsorção-dessorção dos catalisadores (A) 20Co/SBA-15_VS e (B) 20Co/SBA-15_VU.

As isotermas de adsorção/dessorção para os catalisadores 20Co/SBA-15_VS e 20Co/SBA-15_VU apresentaram perfil do tipo IV. As três regiões mostradas referem-se as mesmas etapas descritas anteriormente para Figura 3.

A Tabela 2 apresenta a análise textural da peneira molecular SBA-15 e dos catalisadores 20Co/SBA-15_VS e 20Co/SBA-15_VU, os resultados foram calculados a partir das isotermas, do diâmetro e volume de poros, usando o método de BJH; e a área específica, usando o método de BET.

Suporte e Catalisador	S_{BET} m ² /g	S_{EXT} m ² /g	D_{pAds} (nm)	D_{pDes} (nm)
SBA-15	744,73	593,22	5,02	4,62
20Co/SBA-15_VS	409,53	422,48	5,23	4,65
20Co/SBA-15_VU	242,23	270,31	6,44	5,70

Tabela 2. Análise textural da peneira molecular SBA-15 e dos catalisadores 20Co/SBA-15_VS e 20Co/SBA-15_VU.

Verificou-se para a peneira molecular SBA-15 um valor de área externa menor do que o de área superficial específica, apontando a natureza porosa do material e sugerindo a presença de mesoporos. Observa-se ainda que os valores de área superficial específica (S_{BET}) reduz em 45% para amostra 20Co/SBA-15_VS e 68% para amostra 20Co/SBA-15_VU após a incorporação do cobalto com a mesma percentagem. Um dos motivos principais desta diminuição é o bloqueio de poros do suporte pelo óxido de cobalto (Co_3O_4) formado pela decomposição dos sais impregnados (SILVA, 2004; MOHAMED, et. al, 2005). A baixa área de superfície específica do catalisador 20Co/SBA-15_VU pode ser atribuída a formação de aglomerados de partículas na superfície do catalisador, o que pode torná-lo menos ativo em qualquer reação catalítica. Verifica-se ainda, que esses aglomerados de partículas na superfície aumentou o diâmetro de poro desse catalisador.

4 | CONCLUSÃO

Diante do difratograma obtido para a peneira molecular SBA-15 confirmou-se a obtenção da peneira molecular com a fase mesoporosa SBA-15 bem organizada. Assim como, os catalisadores 20Co/SBA-15_VS e 20Co/SBA-15_VU mostraram a presença de picos que indicam a formação de espécies de óxido de cobalto principalmente na forma de espinela de Co_3O_4 . Através do método BET foi observado uma leve diminuição da área específica da peneira molecular SBA-15 após o processo de incorporação por saturação de volume de poros, enquanto a amostra impregnada por via úmida apresentou uma elevada diminuição. Logo, pode-se dizer que o melhor método para

impregnação do óxido de cobalto é a saturação de volume de poros.

REFERÊNCIAS

- ADESINA, A. **Hydrocarbon synthesis via Fischer-Tropsch reaction: travails and triumphs**. Applied Catalysis A: General, v.138, p. 345-367, 1996.
- BEZEMER, G. L.; RADSTAKE, P. B.; KOOT, V.; VAN DILLEN, A. J.; GEUS, J. W.; JONG, K. P. J. Preparation of Fischer-Tropsch cobalt catalysts supported on carbon nanofibers and silica using homogeneous deposition-precipitation. Journal of Catalysis, v. 237, p. 291, 2006.
- BRUNAUER, S. The Adsorption of Gases and Vapors. Oxford: University Press, 1945.
- CARBALLO, J. M. G. **Diseño de catalizadores de rutenio para la síntesis Fischer-Tropsch**. 2012, 64p. Tese (Doutorado em Ciências Químicas) - Facultad de Ciencias. Departamento de Química Física Aplicada. Instituto de Catálisis y Petroleoquímica. Universidad Autonoma de Madrid, Madrid, Espanha.
- CAMPANATI, M.; FORNASARI, G.; VACCARI, A. Fundamentals in the preparation of heterogeneous catalysts. Catalysis Today, v. 77, p. 299-314, 2003.
- COSTA, F. O.; MISAEL, C. G. M.; SILVA, A. M.; SOUSA, B. V. Textural analysis of SBA-15 molecular sieve using ethanol as co-solvent. Adsorption, v. 21, p. 671 - 676, 2015.
- DAO, L.; GUOPING, C.; XINGYI, W. **Incorporation of lanthanum into SBA-15 and its catalytic activity in trichloroethylene combustion**. Journal of Rare Earth, v. 26, p. 717-721, 2008.
- D'SOUZA, L.; REGALBUTO, J. R.; MILLER, J. T. J. Preparation of carbon supported cobalt by electrostatic adsorption of $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3$. Journal of Catalysis. v. 254 p. 157, 2008.
- FARIAS, F. E. M. **Produção de hidrocarbonetos através da síntese de Fischer-Tropsch utilizando catalisadores bimetálicos de Fe/Co dopados com K e Cu**. 2012, 28p. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará.
- FORNÉS, V.; LÓPEZ, C.; LÓPEZ, H. H.; MARTÍNEZ, A. **Catalytic performance of mesoporous VOx/SBA-15 catalysts for the partial oxidation of methane to formaldehyde**. Applied Catalysis A: General, v. 249, p. 345-354, 2003.
- GONZÁLEZ, G. P. **Requerimientos físico-químicos y estructurales en catalizadores avanzados para la conversión de gas de síntesis**. 2010, 27p. Tese (Doutorado em Ciências Químicas) - Departamento de Química. Instituto de Tecnología Química (UPV-CSIC). Universidad Politécnica de Valencia, Valencia, Espanha.
- LEE, S.-Y.; ARIS, R. Theoretical and Experimental Aspects of Catalyst Impregnation. Catalysis Reviews Science Engineering, v. 27, p. 207, 1985.
- LUZ Jr. G. E.; MELO, A. C. R.; LIMA, S.H.; ARAUJO, A. S.; FERNANDES Jr. V. **Desidratação de etanol sobre material nano estruturado do tipo LaSBA-15**. J. Química Nova, v. 33, p. 1646-1648, 2010.
- MOHAMED, M. M.; ALI, I. O.; EISSA, N. A. **Effect of thermal treatment on surface and bulk properties of Fe/HZSM-5 zeolites prepared by different methods**. Microporous and Mesoporous Materials, v. 87, p. 93-102, 2005.
- OKABE, K.; LI, X.; WEI, M.; ARAKAWA, H. Fischer-Tropsch synthesis over Co–SiO₂ catalysts

prepared by the sol-gel method. *Catalysis Today*, v. 89, p. 431, 2004.

PINNA, F. Supported metal catalysts preparation. *Catalysis Today*, vol. 41, p. 129- 137, 1998.

SOUSA, B.V. **Desenvolvimento de catalisadores (Co/MCM-41) destinados a reação de Fischer-Tropsch**.2009, 163p. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos) – Pós-Graduação em Engenharia de Processos – Programa de recursos humanos da agência nacional do petróleo (PRH-25) para setor de petróleo e gás, PRH-ANP/MCT, Campina Grande – PB.

SING, K. S. W., et. al. **Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity**. *Pure and Applied Chemistry*, v.57, p. 603-619, 1985.

SILVA, A. O. S. **Síntese e Caracterização de catalisadores de Ferro e Cobalto suportados nas zeólitas HZSM-12 e HZSM-5 para a conversão de gás de síntese em hidrocarbonetos**.2004, 203p. Tese de Doutorado. Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal.

ZHAO, D.; HOU, Q.; FENG, J.; CHMELKA, B. F.; STUCKY, G. D. **Nonionic triblock and star diblock copolymer and oligomeric surfactant syntheses of highly ordered, hydrothermally stable, mesoporous silica structures**. *Journal of the American Chemical Society*, v.120, p.6024-6036, 1998.

SOBRE A ORGANIZADORA

Marcia Regina Werner Schneider Abdala: Mestre em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal do Rio de Janeiro, Graduada em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal do Rio de Janeiro. Possui experiência na área de Educação a mais de 06 anos, atuando na área de gestão acadêmica como coordenadora de curso de Engenharia e Tecnologia. Das diferentes atividades desenvolvidas destaca-se a atuação como professora de ensino superior atuando em várias áreas de graduações; professora de pós-graduação lato sensu; avaliadora de artigos e projetos; revisora de revistas científicas; membro de bancas examinadoras de trabalhos de conclusão de cursos de graduação. Atuou como inspetora de Aviação Civil, nas áreas de infraestrutura aeroportuária e segurança operacional em uma instituição federal.

Agência Brasileira do ISBN
ISBN 978-85-85107-62-8

