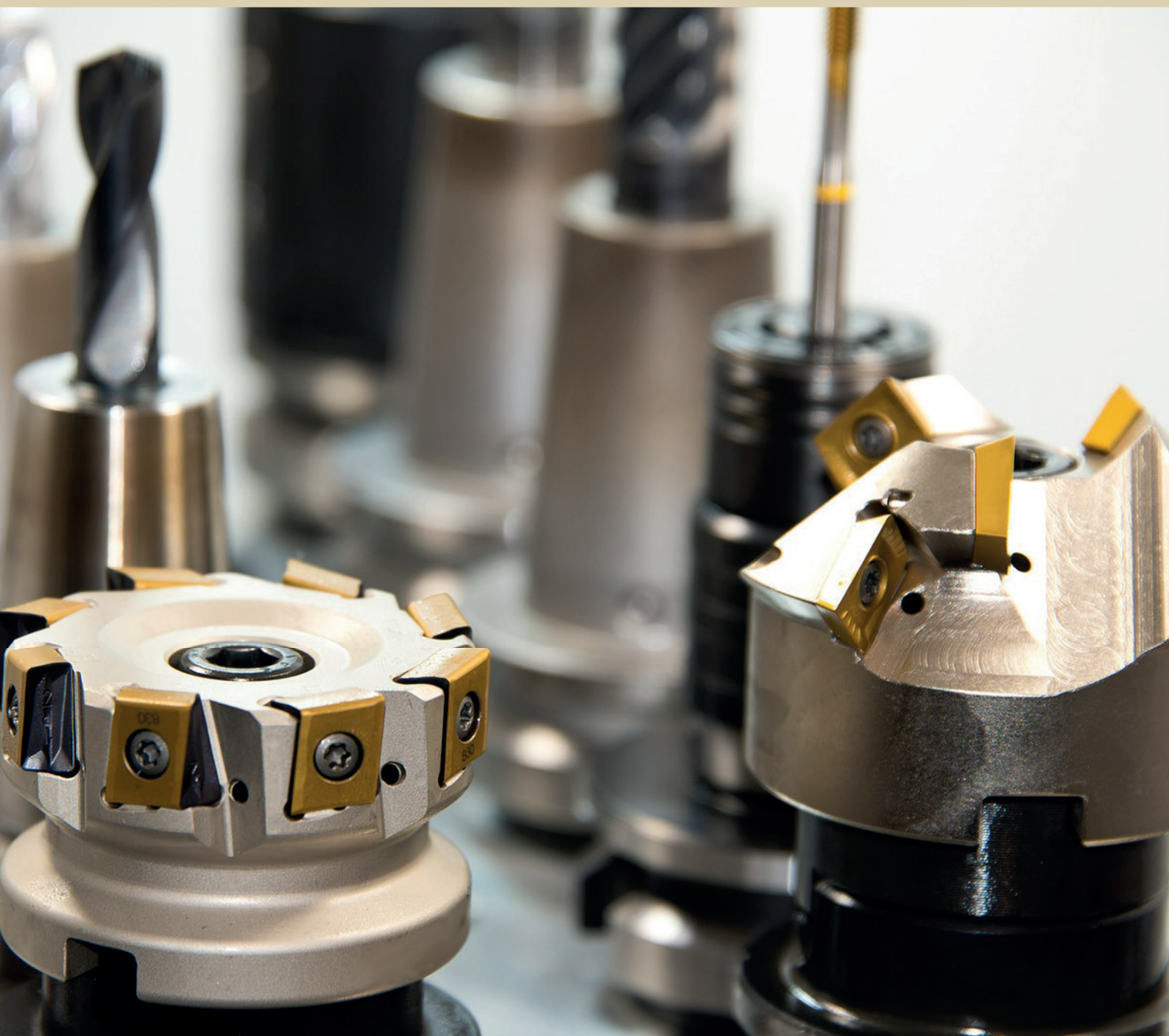


# Ciência e Engenharia de Materiais

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](http://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

<b>CAPÍTULO 1</b> .....	<b>1</b>
COMPÓSITOS $AL_2O_3$ - $ZRO_2$ : PROCESSAMENTO E PROPRIEDADES MECÂNICAS	
<i>João Domingos Covello Carregosa</i>	
<i>Luiz Fernando Grespan Setz</i>	
<i>Rosane Maria Pessoa Betânio Oliveira</i>	
<b>CAPÍTULO 2</b> .....	<b>16</b>
PROPRIEDADES DE ÓXIDO DE CÉRIO OBTIDO VIA SÍNTESE HIDROTHERMAL ASSISTIDA POR MICRO-ONDAS	
<i>João Domingos Covello Carregosa</i>	
<i>Rosane Maria Pessoa Betânio Oliveira</i>	
<b>CAPÍTULO 3</b> .....	<b>25</b>
$AL_2O_3$ REFORÇADO COM NANOPARTÍCULAS DE $ZRO_2$ (3%MOL $Y_2O_3$ )	
<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>	
<b>CAPÍTULO 4</b> .....	<b>42</b>
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>	
<b>CAPÍTULO 5</b> .....	<b>51</b>
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>	
<b>CAPÍTULO 6</b> .....	<b>61</b>
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**

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

### **Maria Rosiane de Almeida Andrade**

Universidade Federal de Campina Grande,  
Unidade Acadêmica de Engenharia Química  
Campina Grande – Paraíba

### **Carlos Eduardo Pereira**

Universidade Federal de Campina Grande,  
Unidade Acadêmica de Engenharia Química  
Campina Grande – Paraíba

### **José Jailson Nicácio Alves**

Universidade Federal de Campina Grande,  
Unidade Acadêmica de Engenharia Química  
Campina Grande – Paraíba

### **Bianca Viana de Sousa Barbosa**

Universidade Federal de Campina Grande,  
Unidade Acadêmica de Engenharia Química  
Campina Grande – Paraíba

**RESUMO:** Materiais a base de óxidos de zircônia e zircônia sulfatada, tem sido amplamente estudado devido a sua capacidade catalítica, uma vez que possuem baixa condutividade térmica e boa resistência química. Como forma de melhorar a estabilidade estrutural, a zircônia pode ser impregnada em suportes termicamente resistentes, como a peneira molecular MCM-41. Nesse contexto, o presente trabalho tem como objetivo avaliar a influência da temperatura no processo de ativação por calcinação do óxido de zircônia. A etapa de ativação por calcinação foi realizada a temperaturas de 550 e 700°C.

Após esta etapa, óxido foi sulfatado com uma solução de ácido sulfúrico. O óxido de zircônia e a zircônia sulfatada foram caracterizados através da difratometria de raios X. A peneira molecular MCM-41 suportada com zircônia sulfatada foi caracterizada através das técnicas de: difratometria de raios-x e análise de infravermelho. Através dos difratogramas de raios X do óxido de zircônia foi possível identificar as fases tetragonais e monoclinicas da zircônia. Os difratogramas da MCM-41 confirmaram a formação da estrutura hexagonal da peneira. Das análises de infravermelho foi possível identificar os grupos orgânicos referentes à incorporação da zircônia sulfatada na estrutura da peneira molecular MCM-41.

**PALAVRAS-CHAVE:** Zircônia, peneira molecular, ativação.

**ABSTRACT:** Materials based on zirconium oxides, sulfated zirconia has been extensively studied because of their catalytic ability, since they possess low thermal conductivity and good chemical resistance. As a form to improve the structural stability, the zirconia may be impregnated in thermally resistant supports such as molecular sieve. MCM-4. In this context, this study aims to evaluate the influence of temperature on activation by calcination of zirconium oxide. The activation by calcination was performed at temperatures



of 550 to 700 ° C. After this step, oxide was sulfated with sulfuric acid solution. The zirconium oxide and the sulfated zirconia were characterized by X ray diffractometry. The molecular sieve MCM-41 supported with sulfated zirconia was characterized by techniques of: x-ray diffractometry and infrared analysis. Through the x-rays diffraction of the zirconium oxide was possible to identify the tetragonal phases and monoclinicas of Zirconia. the diffraction of the MCM-41 confirmed the formation of the hexagonal structure of the sieve. The infrared analysis was possible to identify the organic groups about incorporation of sulfated zirconia in the structure of the molecular sieve MCM-41.

**KEYWORDS:** zirconium, molecular sieve, activation.

## 1 | INTRODUÇÃO

Óxidos metálicos sulfatados têm ganhado atenção devido à sua capacidade ácida para catalisar reações em amplas faixas de temperatura. A zircônia sulfatada pode catalisar diversas reações, dentre elas destaca-se: isomerização e craqueamento de parafinas, alquilação de isoparafinas e acilação de compostos aromáticos (ZALEWSKI et al., 1999).

Algumas características da zircônia vêm facilitar sua atuação como catalisadores e também juntamente com um suporte. Sua estabilidade térmica junto a forte característica anfótero dos grupos hidroxila de sua superfície são exemplos dessa particularidade (MONTEIRO, 2005).

A zircônia pode ser encontrada em uma das três diferentes formas cristalinas: monoclinica (M), estável a temperaturas inferiores a 1100 °C; tetragonal (t), estáveis a temperaturas entre 1100-1900 °C; e cúbico (C), estável a temperaturas superiores a 1900 °C. As estruturas tetragonais e cúbicas podem, no entanto, ser obtidas e mantidas como uma estrutura metaestável a baixas temperaturas (COMELLI et al., 1996).

A atividade catalítica de zircônia sulfatada depende significativamente do método de preparação e da etapa de ativação. Condições de preparação, tais como tipo de precursor, o teor de enxofre, e a temperatura de ativação são conhecidos por influenciar a estrutura cristalina do catalisador e sua atividade. Pequenas variações nas condições de preparação podem alterar drasticamente as propriedades catalíticas finais (ZALEWSKI et al., 1999).

À medida que a amostra é calcinada, grupos de Zr-OH de condensação formam a estrutura de Zr-O-Zr. A fase cristalina final depende da temperatura de calcinação da amostra. Após o tratamento térmico, o zircônio amorfo é inicialmente transformado numa fase tetragonal metastável. Com o aumento da temperatura do tratamento térmico, a fase tetragonal é convertida para a fase monoclinica que é termodinamicamente favorecida (GARVIE e GOSS, 1986).

Melhorias na estabilidade estrutural da zircônia têm sido obtidas com a impregnação da zircônia em materiais mesoporosos, de área superficial elevada e

termicamente resistentes como a MCM-41 (SZ/MCM-41). A peneira molecular MCM-41 é o membro mais bem estudados da família. Ela tem um arranjo hexagonal uniforme de mesoporos, área superficial muito alta (tipicamente cerca de 1000 m<sup>2</sup>/ g ou mais), alta estabilidade térmica e hidrotérmica, possibilidade de controle do tamanho dos poros, hidrofobicidade e acidez. Este material demonstrou ser um excelente suporte para a preparação de catalisadores com atividades e seletividades superiores àqueles suportados sobre sílica amorfa, alumina, e até mesmo zeólitas (CHEN et al., 2001).

Neste contexto, o presente trabalho tem como objetivo avaliar a influência da ativação por calcinação do óxido de zircônia utilizando diferentes temperaturas e sua incorporação na peneira molecular mesoporosa MCM-41.

## 2 | METODOLOGIA

### 2.1 Síntese da Peneira Molecular MCM-41

A metodologia utilizada na síntese da peneira molecular MCM-41 foi baseada no trabalho de Grün et al., (1999). O gel foi preparado a partir do ortossilicato de tetraetila (TEOS), brometo de cetiltrimetilamônio (CTABr), hidróxido de amônio (NH<sub>4</sub>OH) e de água. Inicialmente, foi adicionado o direcionador estrutural (CTABr), lentamente, em água destilada a 50°C sob agitação, até a homogeneização da solução. Em seguida, deixou-se esfriar a solução a aproximadamente 25°C e adicionou-se o agente mineralizante (NH<sub>4</sub>OH), agitando-se a mistura por mais 15 minutos. Posteriormente, adicionou-se lentamente a fonte de sílica (TEOS) ao meio reacional, agitando-se a solução por mais 2 horas. O gel formado foi submetido a um tratamento térmico em autoclaves na estufa, por 24 horas a 30 °C. O material obtido foi lavado com água deionizada, controlando-se o pH para 7. Posteriormente, realizou-se a secagem das amostras em estufa a 60°C por 24 horas. Após a secagem, o material obtido CTABr-MCM-41 passou por um processo de ativação térmica, onde o agente direcionador de rede, que é surfactante CTABr, foi removido dos poros da peneira. Nesta etapa foi utilizado um forno no qual o material sintetizado foi aquecido sob fluxo de nitrogênio da temperatura ambiente á 200 °C, com taxa de aquecimento 10 °C.min<sup>-1</sup> permanecendo por 1 h. Após este período o fluxo de nitrogênio foi trocado por ar sintético e a amostra foi aquecida de 200 até 550 °C, sob uma razão de aquecimento de 2 °C.min<sup>-1</sup> durante 6 h.

### 2.2 Obtenção do Óxido de Zircônia (ZrO<sub>2</sub>)

A síntese do óxido de zircônia foi realizada, baseada na metodologia descrita por Zalewska et al., (1999) Inicialmente foram preparadas uma solução 1 mol.L<sup>-1</sup> de oxicloreto de zircônio (ZrOCl<sub>2</sub>.8H<sub>2</sub>O) e uma solução concentrada (25%) de hidróxido de amônio, que posteriormente foram adicionadas simultaneamente com a mesma vazão

a um béquer contendo 50 mL de água destilada. O sistema foi mantido sob agitação e à temperatura ambiente durante o processo. Após a adição completa da solução de oxicloreto de zircônio, estabilizou-se o pH do material entre 9 e 10 utilizando-se de uma solução de hidróxido de amônio (25%) e a solução foi maturada por 24h, sob agitação constante. Ao término do processo de maturação, o gel obtido foi lavado com água destilada e filtrado para eliminação dos cloretos existentes. Posteriormente, o gel foi seco em estufa a 100 °C por um período de 12 h e em seguida o material obtido passou por um tratamento térmico sob um fluxo de ar sintético 100 mL.min<sup>-1</sup> com uma rampa de aquecimento de 10 °C.min<sup>-1</sup> por 3 h até atingir as temperaturas de 550°C, para obtenção da fase tetragonal e de 700°C para fase monoclinica.

### 2.3 Processo de Sulfatação do Óxido de Zircônia

A sulfatação do óxido de zircônia foi baseada na metodologia de Saravanan et al., (2016). O óxido de zircônia foi posto em contato com uma solução de ácido sulfúrico 1 mol.L<sup>-1</sup> na proporção de 1g da peneira molecular para 5 ml da solução deixado em repouso por aproximadamente 30 minutos. Após o repouso a solução foi seca por 12 horas a 150 °C em estufa. Posteriormente a secagem, o material passou por um processo de ativação térmica, sendo aquecido da temperatura ambiente até 400 °C sob fluxo de ar sintético a uma rampa de 2 °C.min<sup>-1</sup> onde manteve-se por 3 horas.

### 2.4 Incorporação da Zircônia Sulfatada (ZS) a Peneira Molecular MCM-41

A incorporação da zircônia sulfatada (ZS) a peneira molecular MCM-41 foi através do método de impregnação por via úmida, nas porcentagens de 10 e 30% em peso. A metodologia utilizada foi uma adaptação da literatura de Wang et al., (2008). Para cada um grama da peneira molecular MCM-41 e sua respectiva proporção de zircônia sulfata foram adicionados 5 mL de metanol, 1 mL de água destilada. O material permaneceu sob agitação durante 1 hora e em seguida foi seco à 100°C durante 12 horas.

## 2.5 Caracterizações Físico-Químicas

### 2.5.1 Difractometria de Raios-X (DRX)

As difrações de raios-X (DRX) no pó foram realizadas utilizando um difratômetro Shimadzu XRD-6000 com Cu K $\alpha$ , um tamanho de passo de 0,020, 2 $\theta$  e tempo de contagem por passo de 1.000s ao longo de um intervalo de 5° a 45°.

### 2.5.2 Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

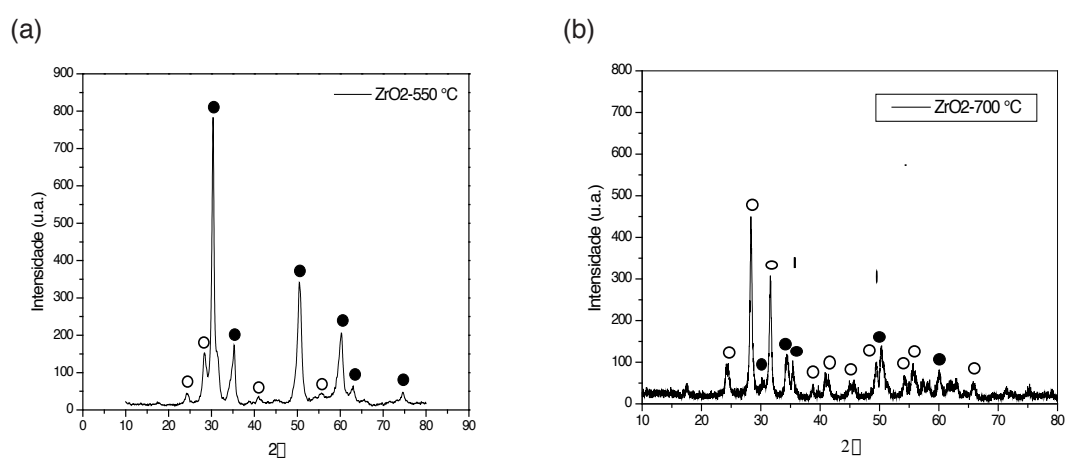
A análise FTIR foi realizada em espectrômetro Spectrum 400 Perkin Elmer FT-IR/FT-NIR. Os espectros foram obtidos no infravermelho médio na faixa de 4000 a

400  $\text{cm}^{-1}$ , com o objetivo de identificar qualitativamente as frequências vibracionais e suas respectivas atribuições referentes aos grupos funcionais e identificação da incorporação da zircônia sulfatada na peneira molecular MCM-41. As amostras foram preparadas em forma de pastilhas, homogeneizando-se uma mistura de brometo de potássio (KBr) e amostra, numa proporção aproximada de 10:1.

## 3 | RESULTADOS

### 3.1 Caracterização do Óxido de Zircônia

Na Figura 1 estão apresentados os difratogramas de raio X do óxido de zircônia ativado por calcinação nas temperaturas de 550°C e 700°C.



**Figura 1** (a) Difratogramas de raios  $x$  do óxido de zircônia calcinado à (a) 550°C e (b) 700°C

A partir dos difratogramas da Figura 1 é possível perceber a influência da temperatura de ativação por calcinação do óxido de zircônia, pois quando este foi calcinado a temperatura de 550°C há uma predominância da fase tetragonal (●), já quando o  $\text{ZrO}_2$  foi calcinado a 700°C a fase monoclinica (○) prevaleceu.

Na zircônia com fase tetragonal há a predominância de hidroxilas ligadas a 2 átomos de Zr (tipo II) e, em alguns casos, uma pequena fração de hidroxilas ligadas a 3 átomos de Zr (tipo III). Por outro lado, na fase monoclinica, a zircônia apresenta uma predominância de hidroxilas ligadas a 3 átomos de Zr (tipo III), que, segundo os resultados apresentados por Jung e Bell (2000), absorvem uma maior quantidade de  $\text{CO}_2$  que hidroxilas ligadas a 2 átomos de Zr (tipo II), sugerindo um aumento na basicidade destas estruturas superficiais.

Os principais picos referentes à fase tetragonal do  $\text{ZrO}_2$  (●) foram identificados através dos planos, (1 0 1), (1 1 0), (2 0 0), (2 1 1), (2 0 2), (2 2 0) na amostra pelos máximos de difração a  $2\theta = 29,95^\circ$ ,  $34,96^\circ$ ,  $50,28^\circ$ ,  $59,64^\circ$ ,  $62,23^\circ$  e  $73,8^\circ$

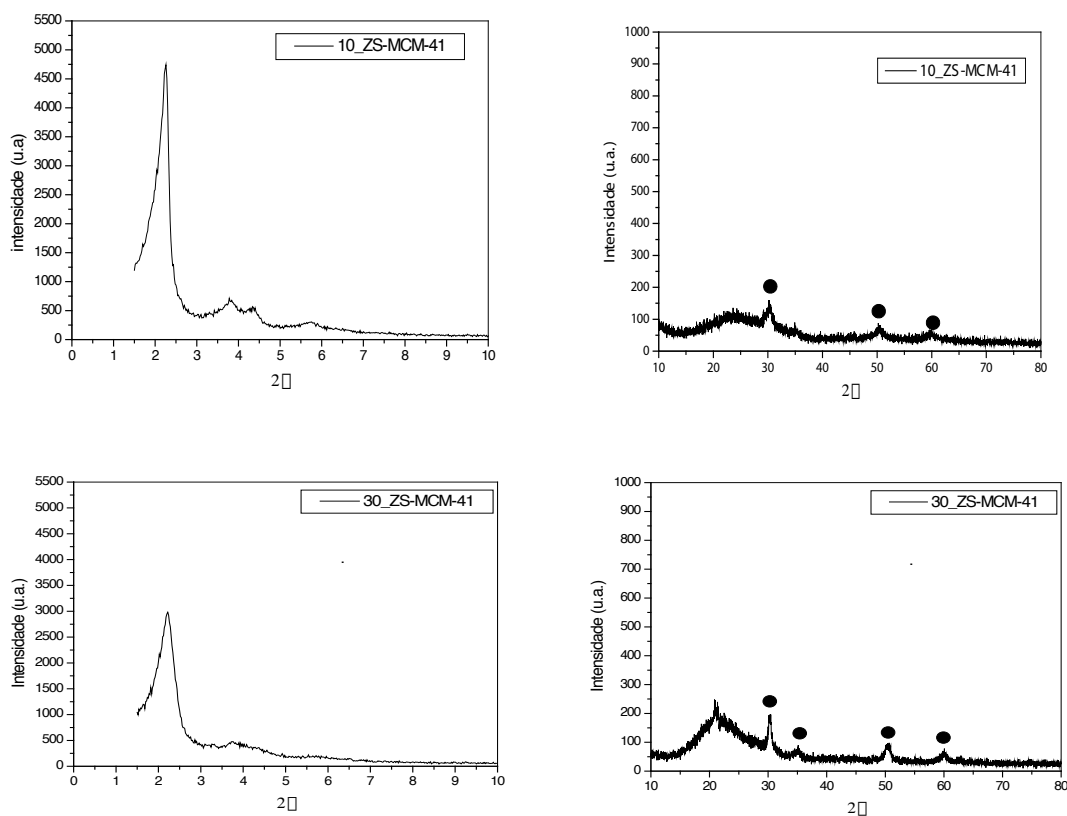
respectivamente. Já as fases monoclinicas ( $\ominus$ ) foram identificadas na amostra pelos planos (1 1 0), (1 1 1), (1 2 1), (2 2 1) identificados pelos máximos de difração a  $2\theta = 24,45^\circ$ ,  $28,19^\circ$ ,  $41,42^\circ$  e  $55,37^\circ$ , respectivamente.

Todos os picos correspondentes à fase tetragonal e monoclinica do óxido de zircônia foram referenciados de acordo com as cartas cristalográficas nº 01-088-1007 e 01-083-0939 respectivamente, conforme banco de dados da JCPDS.

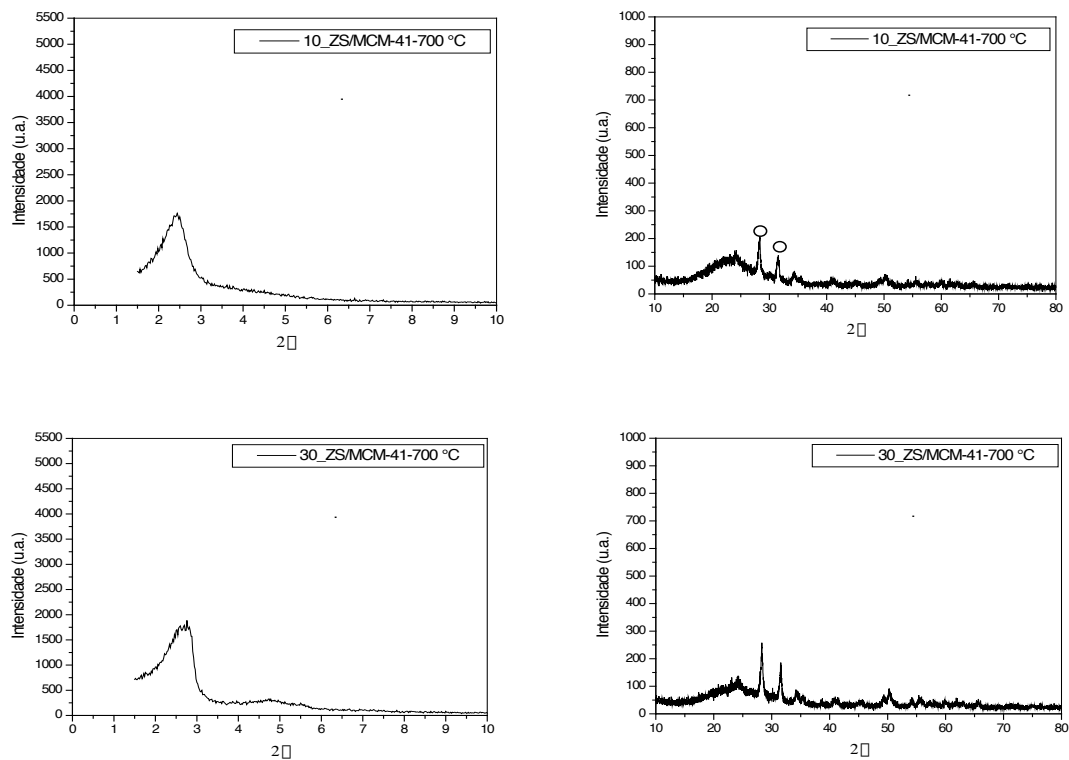
### 3.2 Caracterização da Peneira Molecular MCM-41 Suportada com Zircônia Sulfatada

#### 3.2.1 Difratomia de Raios-X

Na Figura 2 estão apresentados os difratogramas de raios X da peneira molecular MCM-41 suportada com zircônia sulfatada, ativada a  $550^\circ\text{C}$ , nas porcentagens de 10% (10\_ZS/MCM-41) e 30% (30\_ZS/MCM-41). E na Figura 3 os difratogramas de raios-x dos catalisadores 10\_ZS/MCM-41 e 30\_ZS/MCM-41 ativados a  $700^\circ\text{C}$ .



**Figura 2** Difratomias de raios-x dos catalisadores 10\_ZS/MCM-41 e 30\_ZS/MCM-41 ativados a  $550^\circ\text{C}$ .



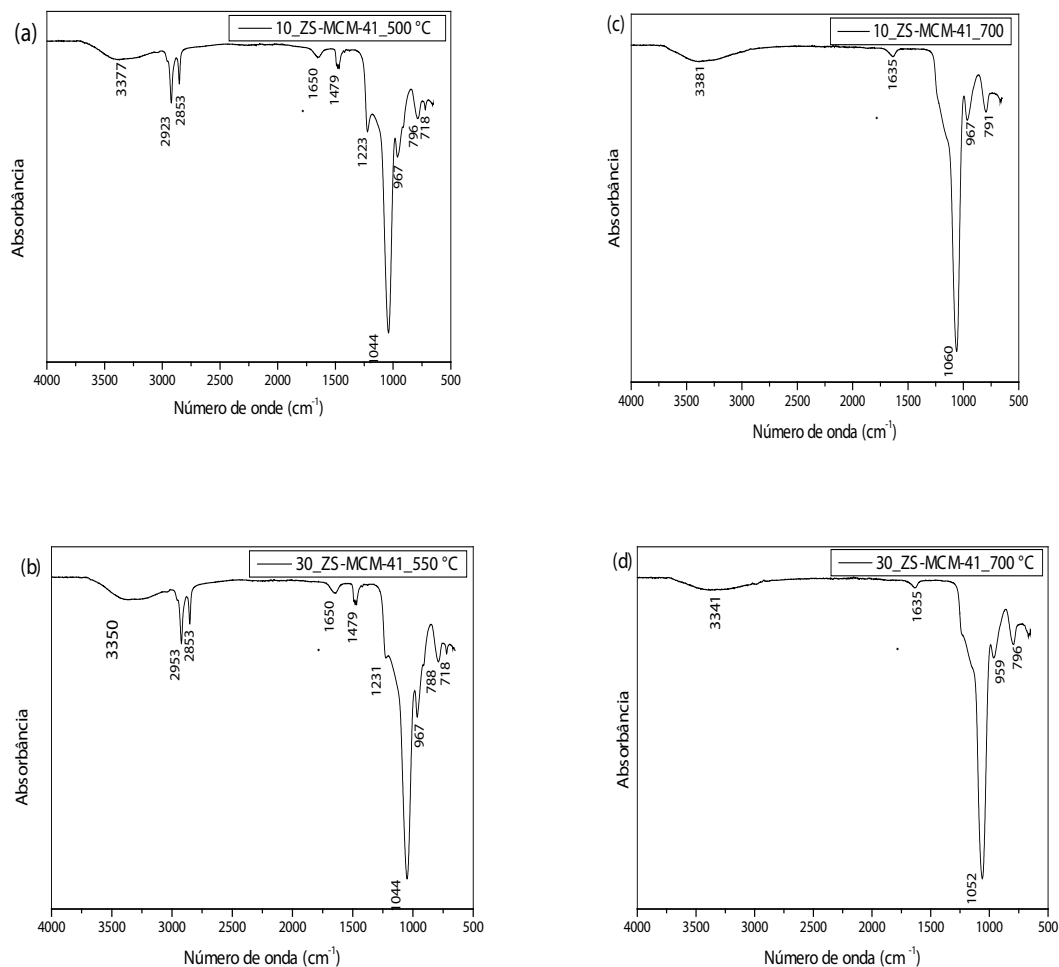
**Figura 3** Difratomogramas de raios-x dos catalisadores (a) 10ZS/MCM-41 e (b) 30ZS/MCM-41 ativados a 700°C.

A partir dos difratogramas das Figuras 2 e 3 é possível confirmar a obtenção da peneira molecular MCM-41 devido à presença de picos característico de elevada intensidade (1 0 0) e os demais com menor intensidade (1 1 0), (2 0 0), (2 1 0) que caracterizam a estrutura hexagonal mesoporosa e organização da peneira molecular<sup>11</sup>. No entanto, com o aumento do teor de zircônia sulfatada incorporado na peneira molecular ocorreu uma diminuição na intensidade do pico de difração (1 0 0) e os picos com baixa intensidade (1 1 0), (2 0 0), (2 1 0) desapareceram, o que indica um colapso da estrutura hexagonal da MCM-41 devido a um aumento do teor de zircônia nos poros da peneira molecular.

A presença da zircônia sulfatada também foi comprovada pelos difratogramas. A fase tetragonal foi predominante nos catalisadores ativados a 550°C, e a monoclinica nos catalisadores ativados a 700°C; o que está de acordo com os difratogramas do óxido de zircônia.

### *3.2.2 Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)*

Visando identificar os grupos funcionais orgânicos presentes na estrutura da peneira molecular MCM-41 suportada com zircônia foi aplicada a técnica de espectroscopia de absorção na região do infravermelho. A Figura 4 apresenta as espectroscopias na região do infravermelho para os catalisadores 10\_ZS/MCM-41 e



**Figura 4** Espectroscopias na região do infravermelho dos catalisadores

a) 10\_ZS/MCM-41 e b) 30\_ZS/MCM-41 ativado a 550°C e c) 10\_ZS/MCM-41 e d) 30\_ZS/MCM-41 ativado a 700°C.

Os espectros de FTIR dos catalisadores apresentou uma banda larga entre 3341, 3350, 3377 e 3381  $\text{cm}^{-1}$ , atribuído a hidratação da amostra. Os picos de absorção para a amostra ativada a 500 °C em 2923, 2953 e 2853  $\text{cm}^{-1}$ , são atribuídas aos estiramentos entre C-H dos grupos  $\text{CH}_2$  e  $\text{CH}_3$  relacionadas às moléculas do surfactante, que indicando que o tratamento térmico da peneira molecular não foi suficiente para remover todo o direcionador (GANAPATI et al., 1999). Os picos 1650 e 1635  $\text{cm}^{-1}$  correspondem à deformação angular da ligação de H-OH da água fisisorvida. Os picos presente em 1223 e 1231  $\text{cm}^{-1}$  são características de um íon sulfatado bidentado coordenado, onde os íons sulfato estão ligado à superfície átomos de Zr indicando uma sulfatação eficaz na superfície de óxido de zircônio. Essa estrutura é responsável pelo aumento da acidez de Lewis do  $\text{Zr}^{+4}$ , devido ao efeito indutivo enxofre-oxigênio. Os picos em 1044 e 1052 e 1060  $\text{cm}^{-1}$ , está relacionada com os estiramentos assimétricos da ligação Si-O (ARDIZZONE et al., 2004). O pico em 967  $\text{cm}^{-1}$  é atribuído à vibração assimétrica

das ligações Si-O-Zr. Os picos 796, 791 e 788  $\text{cm}^{-1}$  são referidos ao elevado número de grupos silanóis na sua estrutura. Os picos em 727 e 718  $\text{cm}^{-1}$  atribuídas a ligação Zr-O-Zr (MIRANDA et al., 2015). A ausência de picos entorno de 425  $\text{cm}^{-1}$  indica que o  $\text{ZrO}_2$  é altamente disperso ou incorporado na estrutura da peneira molecular (SUJA et. al, 2002; SALAM et. al, 2015).

#### 4 | CONCLUSÃO

A partir dos difratogramas de raios-x do óxido de zircônia percebe-se que a temperatura de ativação é responsável pela determinação da fase da zircônia após o processo de ativação. Quanto ativadas a uma temperatura de 550°C a zircônia apresenta-se na fase tetragonal, e a temperatura de 700°C na fase monoclinica. Os difratogramas da MCM-41 apresentaram os picos referentes à estrutura hexagonal, bem como as fases da zircônia, em concordância com o que foi determinado no difratograma do óxido de zircônia. A espectroscopia de absorção na região do infravermelho apresentou as bandas referentes à presença do sulfato da zircônia sulfatada na peneira molecular.

#### AGRADECIMENTOS

Os autores agradem à CAPES pelo apoio financeiro, ao Centro de Tecnologias Estratégicas do Nordeste, Universidade Federal de Campina Grande, Unidade Acadêmica de Engenharia Química e ao Laboratório de Caracterização, Catálise e Biocombustíveis.

#### REFERÊNCIAS

ARDIZZONE, S.; BIANCHI, C. L.; CAPPELLETTI, G.; PORTAB, F., **Liquid-phase catalytic activity of sulfated zirconia from sol-gel precursors: the role of the surface features**, Journal of Catalysis, v. 227, p. 470, 2004.

COMELLI, R.; VERA, C.; PARERA, J., **Influence of  $\text{ZrO}_2$  Crystalline Structure and Sulfate Ion Concentration on the Catalytic Activity of  $\text{SO}_2^{-4}$ -  $\text{ZrO}_2$**  Journal of Catalysis, v.151, p. 96-101, 1996.

CHEN, C-L; CHENG, S.; LIN, H-P.; WONG, S-T.; MOU, C-Y. **Sulfated zirconia catalyst supported on MCM-41 mesoporous molecular sieve**. Applied Catalysis A: General, v. 215, p. 21-30, 2001.

GANAPATI, D. Y.; YADAV, G.; NAIR, J. J. **Sulfated zirconia and its modified versions as promising catalysts for industrial processes**. Microporous and Mesoporous Materials, Amsterdam, v. 33, p. 1-48, 1999.

GARVIE, R. C.; GOSS, M. F., **Intrinsic size dependence of the phase transformation temperature in zirconia microcrystals**, Journal of Materials Science, v. 21, p. 1253-1257, 1986.



GRÜN, M.; UNGER, K. K.; MATSUMOTO, A.; TSUTSUMI, K., **Novel pathways for the preparation of mesoporous MCM-41 materials control of porosity and morphology and morphology.**

Microporous and Mesoporous Materials, v. 27, p. 207-216, 1999.

JUNG, K. T.; BELL, A. T. **The effects of synthesis and pretreatment conditions on the bulk structure and surface properties of zirconia.**

Journal of Molecular Catalysis A: Chemical, v. 163, no. 1-2, p. 27-42, 2000.

MIRANDA, C. D. M.; RAMÍREZ A. E. S.; JURADO, S. G.; VERA, C. R., Superficial effects and catalytic activity of  $ZrO_2-SO_4^{2-}$  as a function of the crystal structure, Journal of Molecular Catalysis A: Chemical, v. 398, p. 325-335, 2015.

MONTEIRO, A. P. de **M. INFLUÊNCIA DO MÉTODO DE PREPARAÇÃO NAS PROPRIEDADES DO ÓXIDO DE FERRO SUPTADO.** Dissertação (Mestrado) - em Química. Agosto 2005.

PEREIRA, A. L. C.; MARCHETTI, S. G.; ALBORNOZ, A.; REYES, P.; OPORTUS, M.; RANGEL, M. C.; Effect of iron on the properties of sulfated zirconia, Applied Catalysis A: General, v. 334, p. 187-198, 2008.

SALAM, M. S. A.; BETIHA, M. A.; SHABAN, S. A.; ELSABAGH, A.M.; EL-AAL, R. M. A., EL KADY, F. Y., **Synthesis and characterization of MCM-41-supported nano zirconia catalysts**, Egyptian Journal of Petroleum, v. 24, p. 49-57, 2015.

SARAVANAN, K.; TYAGI, B.; BAJAJ, H. C., **Nano-crystalline, mesoporous aerogel sulfated zirconia as an efficient catalyst for esterification of stearic acid with methanol**, Applied Catalysis B: Environmental, v. 192, p. 161-170. 2016.

SUJA, H.; DEEPA, C. S.; RANI, K. S.; SUGUNAN; S., **Liquid phase benzoylation of arenes over iron promoted sulphated zirconia**, Applied Catalysis A: General, v. 230, p. 233-243, 2002.

WANG, J.; MOU, C. **Characterizations of aluminum-promoted sulfated zirconia on mesoporous MCM-41 silica: butane isomeration.** Microporous and Mesoporous Materials, v. 110, p. 260-270, 2008.

ZALEWSKI, D. J.; ALERASOOL, S.; DOOLIN, P. K. **Characterization of catalytically active sulfated zircônia.** Catalysis Today, v. 53, p. 419-432, 1999.

## **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

