



## PROGRAMA DE DISCIPLINA QUI728 - TEFQ - CARACTERIZAÇÃO DE CATALISADORES

### **EMENTA**

Princípios e objetivos da caracterização de catalisadores. Difração de raios X . Medida de área superficial específica e porosidade. Métodos térmicos de análise aplicados ao estudo de catalisadores. Redução e oxidação termoprogramada. Medida de área metálica e dispersão. Espectroscopia fotoeletrônica para análise química. Espectroscopia Mössbauer. Espectroscopia Raman.

### **OBJETIVOS**

Proporcionar ao aluno:

- (i) a aquisição de conhecimento teórico que lhe permita o uso de técnicas de caracterização de catalisadores e interpretação dos resultados.
- (ii) capacidade de caracterizar catalisadores através de técnicas convencionais e avançadas.

### **CONTEÚDO PROGRAMÁTICO (TÓPICOS)**

#### **1. Princípios e objetivos da caracterização de catalisadores**

Definição de caracterização de catalisadores. Objetivos da caracterização de catalisadores. Técnicas de caracterização de catalisadores. Princípios e perspectivas de caracterização de catalisadores.

#### **2. Difração de raios X**

O espalhamento de raios X. A lei de Bragg. Difração de materiais não-cristalinos. Produção e propriedades dos raios X. Tubos de raios X. Experimento de difração de raios X. Técnicas de difração de raios X. O método do pó. Casos exemplos.

#### **3. Medida de área superficial específica de catalisadores**

O fenômeno da adsorção. A origem da adsorção. Tipos de interação gás-sólido. Fisissorção ou adsorção física. O modelo de Langmuir. Modelos de fisissorção. Determinação experimental das isotermas de adsorção. Origem e estrutura dos poros. Descrição qualitativa de um sólido poroso. Superfície interna e externa. Sólidos porosos e não porosos de elevada área superficial específica. Descrição quantitativa da estrutura porosa. Análise fractal. Principais métodos de caracterização de sólidos porosos. Adsorção de gases. Acesso da microporosidade. Acesso da macroporosidade. Métodos dependentes da curvatura interfacial. Equação de Kelvin. Molhabilidade. Histerese de adsorção. Volume total do poro. Distribuição de tamanho de poros. Análise do tamanho de poros por outros métodos. Curvas V-t.

#### **4. Métodos térmicos de análise aplicados ao estudo de catalisadores**

Métodos térmicos ou termométricos. Termogravimetria ou análise termogravimétrica. Fatores que afetam as curvas termogravimétricas. Fontes de erro na termogravimetria. Fontes de erro na termogravimetria. Termogravimetria derivativa. Interpretação das curvas de termogravimetria. Aplicações de termogravimetria. Análise térmica diferencial. Calorimetria diferencial de varredura. Fatores que afetam a curva de análise térmica diferencial e calorimetria diferencial de varredura. Aplicação de calorimetria diferencial de varredura e termogravimetria.

## **5. Redução e oxidação termoprogramada**

Princípios gerais. Aplicações. Cinética e mecanismo de redução. Óxidos mássicos. Modelo da nucleação. Modelo da esfera contrátil. Óxidos suportados. Metais dispersos em zeólitas. Catalisadores bimetalicos. Casos exemplos. Efeito de variações dos parâmetros instrumentais. Influência da velocidade de aquecimento e da temperatura inicial. Influência da concentração do gás redutor. Influência da vazão do gás. Influência da massa do sólido. Métodos experimentais e instrumentação. Considerações práticas. . Caracterização de coque em catalisadores por oxidação termoprogramada. Modelos de queima do coque. Modelo homogêneo. Modelo do núcleo não-reagido. Coque sobre catalisadores comerciais.

## **6. Medida de área metálica e dispersão**

Quimissorção. Isotermas de adsorção. Modelos de quimissorção. Modelo de Langmuir. Modelo de Freundlich. Caracterização da fase metálica. Quimissorção de hidrogênio sobre metais. Outros gases além do hidrogênio. Titulação hidrogênio-oxigênio. Métodos de quimissorção de fluxo.

## **7. Espectroscopia eletrônica para análise química**

Interações do feixe eletrônico com a matéria. Espectroscopia fotoeletrônica de raios X. Espectroscopia fotoeletrônica de ultravioleta. Espectroscopia eletrônica Auger. Informações obtidas pela ESCA. Efeito fotoelétrico. Espectros de ESCA. Deslocamentos químicos e estrutura local. Estrutura de bandas e de ligação. Estudos de superfície.

## **8. Espectroscopia Mössbauer**

Princípios do método. Elementos essenciais de um espectrômetro Mössbauer. Deslocamento isomérico. Desdobramento quadrupolar. Estrutura magnética hiperfina ou efeito Zeeman. Aplicações do efeito Mössbauer.

## **9. Espectroscopia Raman**

Teoria da Difusão Raman. Teoria quântica da difusão Raman. Teoria clássica da difusão Raman. Regras de seleção e intensidade. Experimentos com espectroscopia Raman. Aplicação da Espectroscopia Raman ao estudo dos catalisadores. Óxido de molibdênio. Óxidos suportados. Propriedades superficiais de um catalisador. Caracterização de catalisadores metálicos.

---

## **BIBLIOGRAFIA PRINCIPAL**

1. WEST, A.R. Solid State Chemistry and its Applications. Chichester. John Willey & Sons. 1995.
2. KLUG, H. P., ALEXANDER, L. E. X-Ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials, Chapman e Hall, London, 1954.
3. GREGG S. J., SING. K. S. W., Adsorption, Surface Area and Porosity, Academic Press Inc., 2 ed., London, 1982
4. LOWELL, S., SHIELDS, J. E., Powder Surface Area and Porosity, Chapman e Hall, 3 ed. London, 1984.
5. ANDERSON, J. R., PRATT, K. C. Introduction to Characterization and Testing of Catalysts. Academic Press. Sydney. 1985.
6. IMELIK, B., VEDRINE, J. C. Catalyst Characterization. Physical Techniques for Solids Materials. Plenum Publishing Cooperation. New York.
7. FARAUTO, R. J., BARTHOLOMEW, C. H. Fundamentals of Industrial Catalytic Processes. Blackie Academic.London.1997.

Coordenador do PPGQ