



Universidade de São Paulo – USP

Instituto de Química de São Carlos – IQSC

Jairo Borges de Assis

Catalisadores ternários a base de Ni, Co e Fe para eletro-oxidação de glicerol.

Tese apresentada ao Instituto de Química de São Carlos, da Universidade de São Paulo, para a obtenção do título de Doutor em Química.

Área de Concentração: Físico-Química.

Orientador: Prof. Dr. Germano Tremiliosi Filho

São Carlos

2013

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Universidade de São Paulo – USP
Instituto de Química de São Carlos – IQSC

Ficha Catalográfica elaborada pela Seção de Referência e Atendimento ao Usuário do SBI/IQSC

Assis, Jairo Borges de.

Catalisadores ternários a base de Ni, Co e Fe para eletro-oxidação de glicerol. / Jairo Borges de Assis. -- São Carlos, 2013.
88 p.

Tese (Doutorado em Físico-Química) – Instituto de Química de São Carlos / Universidade de São Paulo, 2013.

Orientador: Prof. Dr. Germano Tremiliosi Filho

1. Níquel. 2. Cobalto. 3. Ferro. 4. Eletro-oxidação. 5. Glicerol. I. Título.

DEDICATÓRIA

Trabalho dedicado ao meu Pai José da Mata de Assis e à minha Mãe Maria de Jesus Borges de Assis por acreditarem nos meus sonhos, incentivando-me a não desistir deles, ficando sempre do meu lado, por terem me dado uma excelente educação, tanto para mim quanto para meus irmãos, sendo que a mesma serve de referência para a sociedade e acima de tudo por amarem tanto seus filhos, netos e familiares!

Dedico também aos meus irmãos: Valdir, Hélio e Paulo; aos sobrinhos: Henrique e Nayara; às cunhadas: Vânia e Nazaré; aos meus amigos e parentes sendo estes dos mais diversos: Tios, primos, dentre outros, pelo incentivo, cooperação e apoio dado durante essa jornada, sendo que os mesmos sempre se mostraram presentes em minha vida, até mesmo quando estes estiveram ou estavam distantes de mim fisicamente.

Dedico mais uma vez, agora em especial, à minha mulher Narjara, ou simplesmente Nara, pelas palavras de apoio sejam elas escrita ou falada, pelos sorrisos de felicidade, pelas lágrimas de saudade, pela cumplicidade e total dedicação ao amor de sua vida, pela pessoa maravilhosa que é e que deposita em minha pessoa tanto amor que vai além do meu entendimento. Eu te amo muito e obrigado por ter me dado uma filha tão inteligente, saudável, linda e maravilhosa.

Dedico, também em especial, à minha filha Lara Melissa por surgir em nossas vidas com sua energia contagiante, com sua alegria de viver, com toda sua doçura e amor, dando a nós um novo motivo para sorrirmos com tamanha felicidade que sua presença nos proporciona. Tenho certeza que terás um futuro maravilhoso pois você tem a capacidade de materializar e consolidar qualquer coisa, uma vez que já desde cedo é bastante intuitiva para o que é certo ou errado. Papai te ama muito minha filha!

Agradeço a todos vocês por me amarem tanto, por se fazerem presentes em minha vida e me darem muitas alegrias mesmo vivendo em meio ao caos do mundo que vivemos.

Amo muito todos vocês!

“A maior sabedoria que existe é conhecer a si mesmo”.

(Galileu Galilei)

Os sonhos são como vento, você os sente, mas não sabe de onde eles vieram e nem para onde vão. Eles inspiram o poeta, animam o escritor, arrebatam o estudante, abrem a inteligência do cientista, dão ousadia ao líder. Eles nascem como flores nos terrenos da inteligência e crescem nos vales secretos da mente humana, um lugar que poucos exploram e compreendem.

(Augusto Jorge Cury)

"Ainda que eu tenha o dom de profetizar e conheça todos os mistérios e toda a ciência; ainda que eu tenha tamanha fé, a ponto de transportar montes, se não tiver amor, nada serei".

(Coríntios 13.2)

“... O Senhor é meu pastor, nada me faltará.

... Ainda que eu atravessasse o vale escuro, nada temerei, pois estais comigo.

... A vossa bondade e misericórdia hão de seguir-me por todos os dias de minha vida.”

(Trechos do Salmo 23)

Senhor, guia-me sabiamente...!

O homem sem ideias é um homem que 'vive', porém é 'morto'.

(Jairo Borges de Assis)

A mente humana é mais instável do que um elétron excitado.

(Jairo Borges de Assis)

*A luta está difícil, mas não posso desistir
Depois da tempestade, flores voltam a surgir
Mas quando a tempestade demora a passar
A vida até parece fora do lugar
Não perca a fé em Deus, fé em Deus
Que tudo irá se acertar

Pois o sol de um novo dia vai brilhar
E essa luz vai refletir na nossa estrada
Clareando de uma vez a caminhada
Que nos levará direto ao apogeu
Tenha fé, nunca perca a fé em Deus

Pra quem acha que a vida não tem esperança
Fé em Deus
Pra quem estende a mão e ajuda a criança
Fé em Deus
Pra quem acha que o mundo acabou
Pra quem não encontrou um amor
Tenha fé, vá na fé
Nunca perca a fé em Deus*

*Pra quem sempre sofreu e hoje em dia é feliz
Fé em Deus
Pra quem não alcançou tudo que sempre quis
Fé em Deus
Pra quem ama, respeita e crê
E pra aquele que paga pra ver
Tenha fé, vá na fé
Nunca perca a fé em Deus

Aquilo que não mata só nos faz fortalecer
Vivendo aprendi que é só fazer por merecer
Que passo a passo um dia a gente chega lá
Pois não existe mal que não possa acabar
Não perca a fé em Deus, fé em Deus
Que tudo irá se acertar
(...)
Música: Fé em Deus
Compositor: Flavinho Silva / Flavio Venutes
Interprete: Diogo Nogueira
DVD Diogo Nogueira – Ao Vivo em Cuba.*

*Quem caminha sozinho pode até chegar
mais rápido, mas aquele que vai
acompanhado, com certeza vai mais longe.*
(Clarice Lispector)

AGRADECIMENTOS

A Deus pela oportunidade diária de aprendizado que é a dádiva da vida.

Ao Prof. Dr. Germano Tremiliosi Filho pela amizade, confiança depositada em minha pessoa e pela excelente orientação durante o desenvolvimento do trabalho.

Ao Prof. Dr. Nougá Cardoso Batista, meu orientador de iniciação científica na UESPI, pela amizade e incentivo, pelos conselhos e por acreditar na capacidade de seus alunos.

Aos outros professores doutores e mestres da UESPI: Torres, Marly, Graça, Edileusa, Gabriel, Geraldo, Dário, somado a outros mais pelo apoio nessa jornada.

Ao Prof. Dr. Janildo Lopes Magalhães, atualmente professor da UFPI, pelo carinho com que me recebeu na cidade de São Carlos, por todo apoio dado também no Grupo de Eletroquímica no início mestrado até doutorado e principalmente pela amizade.

Ao Prof. Dr. Benedito dos Santos Lima Neto pelo carinho com que me recebeu na cidade de São Carlos, por todo apoio dado (disponibilizou as instalações do Laboratório de Química Inorgânica e Analítica assim como reagentes, o que eu precisasse durante o desenvolvimento do trabalho) desde o início mestrado até doutorado e pela amizade.

À Profa. Dra. Rose Maria Carlos, esposa do Prof. Dr. Benedito, pela amizade.

Ao Prof. Dr. Albérico pela amizade, confiança e consideração depositada em minha pessoa em diversos momentos.

Às Profas. Dras. Teresa (Teca), Regina e Eny pela amizade e conhecimentos transmitidos principalmente no período do estágio supervisionado.

Ao Prof. Dr. Hilduke pela amizade e conhecimentos transmitidos.

Ao Prof. Dr. Edson A. Ticianelli pela amizade e conhecimentos transmitidos.

Ao Prof. Dr. Hamilton Varela pela amizade, pelos conselhos valiosos e pelo conhecimento transmitido.

Aos funcionários do Grupo de Eletroquímica: Dr. Mauro (“Mas Ôoomi seu minino, vamo lá!”) e Dr. Valdecir (“Fio não deixa a vontade de trabalhar passar, Bora lá”), Jonas (E ai Jairinho, só o filé?!), Gabriel e Paulo (“Olá professor! Tudo bem?”).

Ao Dr. Marcelo L. Calegaro do Grupo de Materiais Eletroquímicos e Métodos Eletroanalíticos.

Aos amigos do Laboratório de Ensino – Campus II da USP representados por Carol, Fernando, Macedo e Walter.

Ao Ednelson pelos serviços realizados na Oficina Mecânica.

Ao Edson pelos serviços realizados na Oficina de Vidro.

Ao Dr. Márcio e à Dra. Sylvana pelas análises na Central de Análises Químicas Instrumentais (CAQI).

Ao pessoal da Biblioteca representada em especial pela Bernadete e Eliana.

À Eliana da Assistência Técnica Acadêmica.

À Shirlei do Departamento de Química e Física Molecular.

À Me. Vania do Grupo de Cristalografia.

Ao pessoal da Secretaria de Pós-Graduação representada em especial pela Andréia e Silvia.

Aos meus amigos do Grupo de Eletroquímica em especial à Adriana, Bruno, Edvan (Tampico), Emerson, Thairo e Elenice, Jaldyr, Manuel, Márcia, Nyccolas e Drielly, Rodrigo, Sabrina e seu filho Luiggi, Amaury (Pop Star), Vanessa, Liliane e Daniel, Marcelo, Pedro, Ayaz, dentre outros mais.

Aos meus amigos deste a graduação na UESPI, os quais conviveram na nossa antiga Residência Universitária – “Valdolândia”: José Luis (Zé), Flávio (Baxim ou Aladim) e

Valdemiro (Magão) no mestrado e que sempre se fizeram presentes durante esse doutoramento.

Aos amigos dos outros laboratórios do IQSC: Evânia, Lenilson (Phob's), Stelamar, Raquel, Hércules (Kiko), Adriano e Adriane, Wilson e Sumária, Sabrina (Carbureto) e sua filha Beatriz, Eliene, Ulisses, Washington, Lenilson, Lucas, Tiago, Germano, Vitor, Antônio, Roberto, Rodrigo, Everton, Adriano (Morte), Wendel, Alexandre "Itapira", Carlão, Felipe "Felipão", Pedro "Cabeludo", Tiago "Japinha" dentre outros mais.

Aos amigos Wanderson da UFMA, Quésia da UEMA, Marsele e Yanina da UFSCar e Olímpio da UNICAMP.

Aos amigos do Piauí: Marcelo, Marcílio, Brandão e Wilsilene juntamente com familiares, Dayane, Vitória, Ivan, Sabino, Silvia e seu filho Rafael, Lucivane, Rafael, Leonardo (Mensalão) Kelsen (Maguim), Kelson (Negão) e Dulce juntamente com familiares, dentre outros mais.

Aos meus amigos do Maranhão: Wildenildo e Josy juntamente com familiares, Osmar, Fredson e família, Paulo e seus irmãos gêmeos Rômulo e Romel, Marlom e família, Elson e Raimundo (Natim), Flávio Rangel, Luiz Carlos, Frank e família, "Pimba", Janicleu, Remy, Rayanne, Maervylla, Ricardo e Leonardo (*in memorian*), Elenilson, Cleórbete, César e Leila juntamente com a Larissa, Raquel e Mendes juntamente com Lindilson e seus irmãos, Ribamar, Neto, Marlene juntamente com Guilherme e Maria Luísa, Seu Jorge e Dona Eumar, Dona "Tinha" e seus filhos (Margarete, Mauro (*in memorian*) e Marcos), Seu Sérgio (*in memorian*) juntamente com sua esposa Dona Valdete e seus filhos (Bertoliano, Marcelo e Danielle) além de outros familiares correlacionados aos mesmos, Rogério (jogador) e família, Eronilde, Cleber, Fabiano, Pacheco, Sebastião Robert e família, Janilson e família pela amizade nos mais diversos momentos, Laécio pela amizade e pelas idas aos mais diversos

lugares em busca de diversão e entretenimento, dentre outros mais que minha memória não me faz lembrar nesse momento.

Aos meus amigos de São Carlos: Seu Mário e Dona Suely juntamente com Esteice e irmãos, Alexandre e Priscila.

Gostaria de agradecer à Glaucia pela amizade, incentivo e pelos conselhos, embora muitos eu discordasse.

Aos amigos, colaboradores e incentivadores virtuais (uma vez que ainda não tive o prazer de conhece-los pessoalmente): Regina, “Novinha”, Robson, Sandro, Arthur, Eduardo, Gilberto, William Douglas além de muitos outros que fazem parte do meu mundo de concursando e que de alguma forma ajudaram na concretização desse trabalho.

Aos parentes que sempre ficaram na torcida e deram força: Tias (Lina, Antônia, Conceição (Bia), Nadir, Creusa, dentre outras), Tios (“Zica”, Moisés, José, dentre outros), primos: (Joselito, Edrair, Vagner, Moisés, Carlos, Batista, Kelvin, dentre outros) e as primas: (Josilene, Jocilene, Joseane, Iradyr, Nadjane, Darlene, Odinelma, Valdirene, Conceição Filha, Dalva, dentre outras).

À minha família, pelo amor dedicado, em fim a todos que contribuíram de alguma forma com esse trabalho – certamente são pessoas diferenciadas, ou seja, especiais.

Ao Instituto de Química de São Carlos – IQSC / USP e ao Grupo de Eletroquímica pelo apoio institucional e pelas facilidades oferecidas.

Às agências de fomento: CAPES, CNPq e FAPESP pelo suporte e auxílio financeiro.

RESUMO

ASSIS, J. B. **Catalisadores ternários a base de Ni, Co e Fe para eletro-oxidação de glicerol**. 2013. 88 f. Tese (Doutorado em Físico-Química) – Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2013.

Neste trabalho sintetizou-se catalisadores ternários a base de Ni, Co e Fe para eletro-oxidação de glicerol suportados em carbono por diferente métodos de síntese. Os resultados de EDX mostraram que foi possível obter uma relação próxima aos 20 % de carga metálica pretendida assim como uma relação próxima das proporções atômicas dos metais (1:1:1), ou seja, (Ni₃₃Co₃₃Fe₃₃/C). Os difratogramas dos catalisadores mostraram perfis de materiais amorfos, salvo por alguns catalisadores que exibiram picos característicos de fase metálica. Observou-se que o melhor desempenho frente a eletro-oxidação de glicerol foi o do catalisador 7 – Ni_{32,33}Co_{42,07}Fe_{25,61}/C preparado via refluxo em álcool (etanol) por 12 horas, tanto na voltametria cíclica quanto na cronoamperometria. No experimento de FTIR *in situ* coletados a 1500 mV vs ERH para a eletro-oxidação de glicerol, observou-se bandas características do composto formato dando indicativo de que este pode vir a ser o produto majoritário durante a eletro-oxidação do glicerol. O teste em célula unitária mostrou que o catalisador monometálico a base de Ni sobressaiu-se sobre os demais com densidade de potência máximo obtido na célula a combustível em aproximadamente 0,4 mW cm⁻², resultado esse divergente dos resultados observados nos teste voltamétricos e cronoamperométricos frente à eletro-oxidação do glicerol. Tal fato pode ter acontecido em virtude de problemas técnicos e/ou experimentais do funcionamento da célula unitária.

Palavras-chave: Níquel, Cobalto, Ferro, Eletro-oxidação, Glicerol.

Gracias por visitar este Libro Electrónico

Puedes leer la versión completa de este libro electrónico en diferentes formatos:

- HTML(Gratis / Disponible a todos los usuarios)
- PDF / TXT(Disponible a miembros V.I.P. Los miembros con una membresía básica pueden acceder hasta 5 libros electrónicos en formato PDF/TXT durante el mes.)
- Epub y Mobipocket (Exclusivos para miembros V.I.P.)

Para descargar este libro completo, tan solo seleccione el formato deseado, abajo:

