

## **SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ÓXIDOS NANOESTRUTURADOS: SISTEMA MgO + Ni**

**Aluno: Joana Madeira Krieger e Bruno Batista de Negreiros**

**Orientador: Roberto de Avillez**

### **1. Introdução**

Um dos grandes cuidados hoje em dia é com a natureza e os problemas causados por poluentes na mesma. Problemas como poluição do ar, das águas e do solo, assim como devastação de florestas sempre são assuntos em destaque. Atualmente, devido às ações antropológicas, como a queima de hidrocarbonetos, aterros sanitários, grandes manadas de ruminantes e a queima de biomassa, a quantidade de metano emitido na atmosfera é da ordem de milhares de toneladas por ano. Isso não seria problema se o metano não fosse um dos piores gases em questões ambientais principalmente um dos maiores causadores do Efeito Estufa.

O Efeito Estufa ocorre quando uma parte da radiação infravermelha emitida pela superfície terrestre é absorvida por gases, como o dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ), metano ( $\text{CH}_4$ ), Óxido nitroso ( $\text{N}_2\text{O}$ ) e CFC's ( $\text{C}_x\text{Cl}_x$ ), presentes na atmosfera e como consequência temos o aquecimento da temperatura na Terra. Uma possibilidade para reduzir o impacto destes gases é a retirada dos mesmos da atmosfera com a conversão para gases menos poluentes, ou a formação de gases de maior importância tecnológica.

O metano presente na atmosfera pode ser decomposto em produtos de carbono mais hidrogênio, ou sofrer um processo de reforma para a formação de hidrogênio e monóxido de carbono, o gás de síntese. Ambos processos diminuem a quantidade de metano e produzem produtos de maior valor agregado. Estes processos normalmente empregam catalisadores para acelerar a reação. Um catalisador reconhecidamente importante é o níquel suportado numa base de óxido de magnésio.

Pesquisas anteriores mostraram que um bom catalisador para essa finalidade é o óxido de magnésio com níquel metálico, com grande área de contato e com tamanho de grão bem pequeno, da ordem de nanômetro, porém, essa pesquisa visa uma técnica de produção desse material diferentemente da técnica clássica, procurando um melhor desempenho na função de catálise.

Esta pesquisa procura otimizar as condições de síntese de um composto de óxido de magnésio nanoestruturado com óxido de níquel, ou níquel metálico, através da variação de tempo

de aquecimento, da temperatura e do intervalo entre a adição do nitrato de magnésio e o nitrato de níquel na solução de PVA. Alguns testes preliminares do emprego dos nanocompósitos formados em reações catalíticas também foram executados. Os compósitos óxidos foram analisados por difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura.

## **2. Objetivo**

Descobrir as melhores condições de síntese de MgO+Ni pelo processo de sol-gel, empregando álcool polivinílico (PVA) e diferentes temperaturas e tempos de queima. Os resultados são analisados por difração de raio-x, MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura) e MET (Microscopia Eletrônica de Transmissão).

## **3. Metodologia**

### **Preparação do catalizador:**

Primeiramente é necessária a preparação da amostra: deve-se produzir uma solução de PVA diluído em água na proporção de 1g de PVA para cada 100mL de água em um béquer de Teflon. É necessário que se misture bem e com cuidado. Em seguida leva-se a solução para aquecimento a 100°C (o ideal é que seja colocado em banho-maria pois assim a temperatura é mantida constante em 100°C), sem esquecer de deixar incessantemente misturando com o auxílio de um “peixinho” até virar um gel com boa viscosidade (demora aproximadamente 3h-4h).

Após o preparo do PVA, é feita uma ou duas soluções dependendo da seqüência de mistura que se pretende empregar. Foram empregadas soluções de Nitrato de Magnésio e Nitrato de Níquel com o peso total igual à solução de PVA diluída em 70mL de água. O cálculo das massas de cada nitrato foi feito de modo que ao final da reação com 100% de aproveitamento, se tenha 50% em massa de Óxido de magnésio e 50% em massa de Níquel metálico. No caso do preparo de duas soluções distintas, os dois nitratos metálicos são dissolvidos em dois béqueres diferentes, cada um com 70mL de água. A massa de cada nitrato foi calculada da mesma forma já mencionada. As soluções de nitratos são distintas para permitir que sejam adicionados em momentos distintos ao gel.

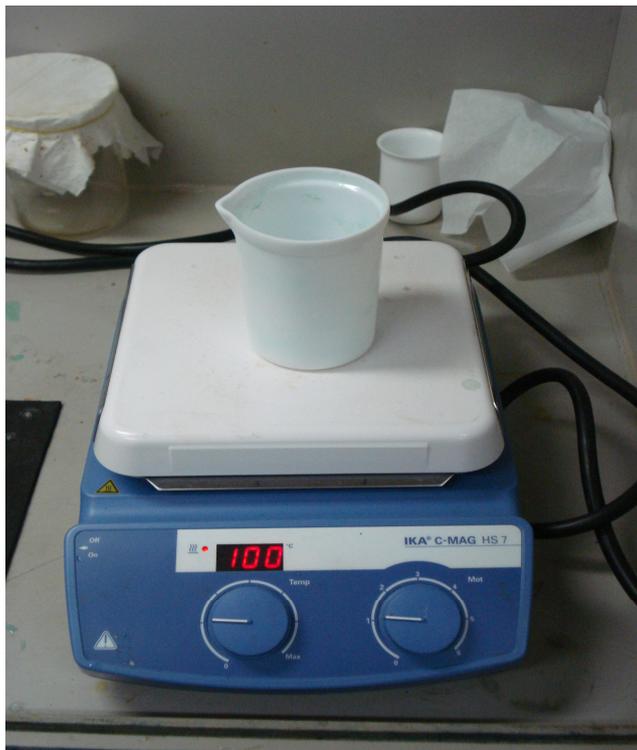


Figura 1: Solução no aquecimento de 100°C e em agitação com o “peixinho”

Adiciona-se a(s) solução(ões) no gel e mistura-se até que se torne um gel menos viscoso, com cor esverdeada e bem homogêneo. Torna-se a aquecer a uma temperatura de 100°C, também em banho-maria e com o “peixinho” mantendo uma agitação constante até que endureça.

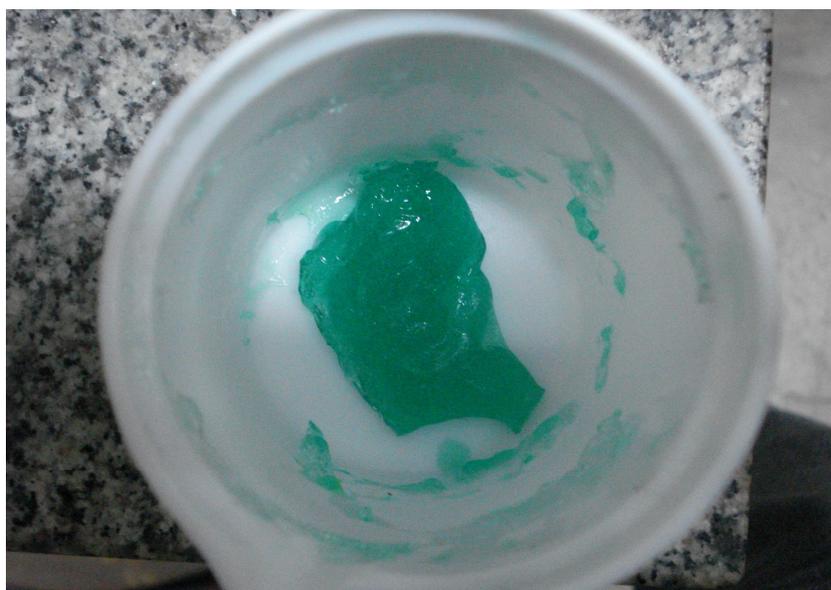


Figura 2: Foto da amostra já pronta, após passar pelo aquecimento de aproximadamente 15 horas.

Então, o mesmo é levado a um forno de atmosfera controlada podendo então variar a temperatura de 500-1000°C e/ou também o tempo de permanência no forno. De modo que o PVA

sofra combustão e sobre apenas Óxido de Magnésio, Óxido de Níquel e, dependendo das condições da atmosfera, Níquel metálico. Procura-se obter uma condição de tratamento térmico que produza a maior quantidade possível de níquel metálico com o menor tamanho dos cristalitos dos constituintes do compósito de  $(\text{Mg,Ni})\text{O}+\text{Ni}$ .



Figura 3: Vista lateral do forno com o cilindro cerâmico à direita

As amostras foram caracterizadas por difração de raio-x empregando o método de Rietveld, MEV e MET.

As amostras que foram produzidas e foram ao forno a uma temperatura de  $600^{\circ}\text{C}$  para comparação do padrão seguido, com variações no tempo de aquecimento. Foram escolhidos tempos de 15, 30, 60, 120, 240 minutos para avaliações. Já para a variação de temperatura foram escolhidas  $600, 700, 800, 900$  e  $1000^{\circ}\text{C}$  e foram levadas ao forno por um tempo de 15 minutos. E por fim, no teste da variação de intervalo de adição usa-se como ponto de partida 15 minutos sempre dobrando até 240 minutos de intervalo, podendo variar juntamente com os outros fatores.



Figura 4: Amostra pronta para análise. Após todas as etapas, inclusive o forno.

#### **4. Resultados**

##### **Variação da temperatura no forno:**

Um dos fatores de produção da amostra avaliado foi a temperatura na qual as amostras foram submetidas durante o tratamento térmico. As amostras foram produzidas da mesma maneira e foram submetidas a temperaturas de 600°C, 700°C, 800°C, 900°C e 100°C com tempo de aquecimento fixo em 60 minutos. Amostras iguais, porém com tempo fixo em 15 minutos também foram produzidas para uma melhor comparação.

Os gráficos das difrações com tempos de aquecimento fixos em 15 e 60 minutos, com variação da temperatura são mostrados nas figuras 5 e 6, respectivamente, seguidos das tabelas com suas respectivas informações.

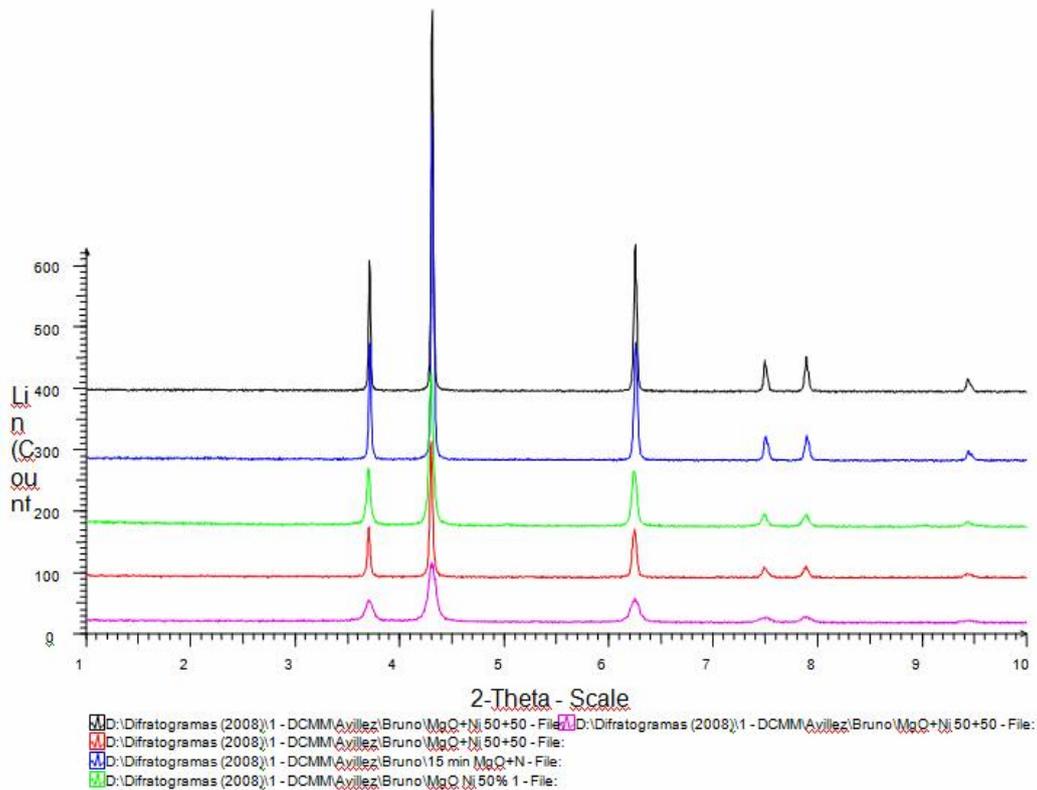


Figura 5: Gráfico da difração de raio-x para amostras com tempo de aquecimento de 15 minutos, submetidas a diferentes temperaturas durante o tratamento térmico: 600°C, 700, 800, 900, 1000°C.

Fase Ni Metálico 15 minutos					
Temperatura (°C)	spacegroup	Ni (%wt.)	Parâmetro de rede (Å)	Tamanho do Grão (Lvol-FWHM (nm))	Deformação da posição (e0)
600	Fm-3m	0,218 %	3,6163632	18,182	0
700	Fm-3m	2,170 %	3,6196419	9,391	0,00961
800	Fm-3m	0,163	3,6555734	40,488	0
900	Fm-3m	0	-	-	-
1000	Fm-3m	0	-	-	-

Tabela 1: Dados da fase Ni metálico em amostras de 15 minutos, preparadas a diferentes temperaturas durante o tratamento térmico mostrando a rede cristalina, a quantidade de óxido de níquel, o parâmetro da rede cristalina, tamanho do grão e a deformação da posição.

De acordo com a tabela 1, vemos que um grande pico de percentagem de Ni apareceu a 700°C. Vemos também que altas temperaturas estão agindo como catalisador da reação de oxidação no níquel por isso, resultados tão negativos. O parâmetro de rede fica na escala de 3,6 Å enquanto o tamanho do grão não segue nenhum padrão, variando de 9,391 até um alto nível de 40,488 em 800

°C. A deformação da posição é nula em quase todas, apresentando um nível de 0,00961 em 700°C.

Fase (Mg,Ni)O 15 minutos					
Tempo de Aquecimento (min)	spacegroup	(Mg,Ni)O (%wt.)	Parametro de rede (Å)	Tamanho do Grão (Lvol-FWHM (nm))	Deformação da posição (e0)
600	Fm-3m	99,782	4,2029137	11,431	0,08203
700	Fm-3m	97,830	4,2010311	26,174	0,08203
800	Fm-3m	99,837	4,2004521	41,001	0,08203
900	Fm-3m	100	4,1995768	61,053	0,07091
1000	Fm-3m	100	4,2011842	72,351	0,05477

Tabela 2: Dados da fase (Mg,Ni)O em amostras a 15 minutos, preparadas a diferentes temperaturas durante o tratamento térmico mostrando a rede cristalina, a quantidade de óxido de níquel, o parâmetro da rede cristalina, tamanho do grão e a deformação da posição.

Podemos ver que a fase (Mg,Ni)O, assim como nas amostras de 15 minutos de tempo de aquecimento, se comporta com um padrão de crescimento do tamanho de grão do acordo como aumento da temperatura causado pela influencia da temperatura na velocidade de reação de oxidação do material, algo prejudicial para ossos objetivos de catálise. Vemos que a fase (Mg,Ni)O é única em altas temperaturas e que o parâmetro de rede continua não apresentando grandes variações, como em todos os estudos realizados até aqui, apenas em 900 °C houve um pequeno decréscimo que foge a margem de erro, que deverá ser melhor investigado. Já a deformação da posição é a mesma em todas as amostras que apresentam pelo menos um pouco de níquel e, menor nas que apresentam somente (Mg,Ni)O.

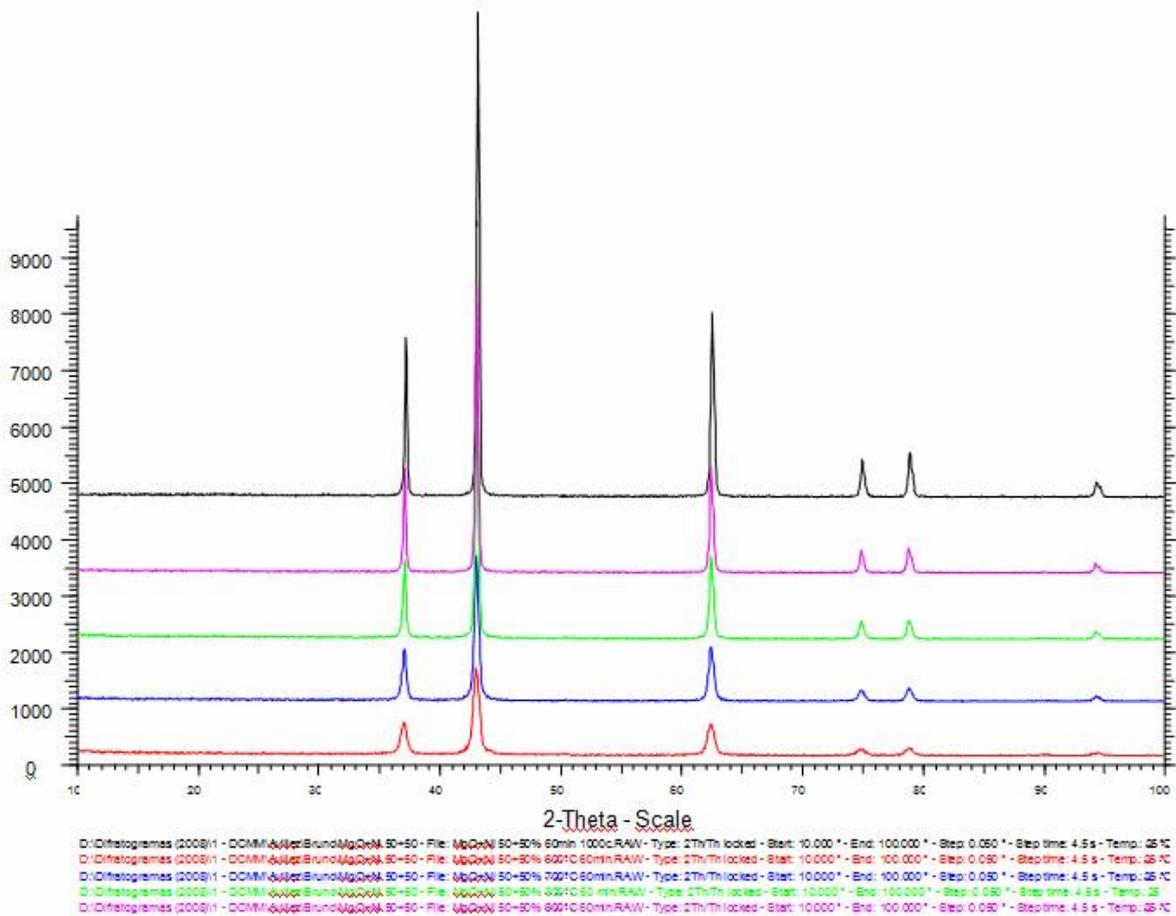


Figura 6: Gráfico da difração de raio-x para amostras com tempo de aquecimento de 60 minutos, submetidas a diferentes temperaturas durante o tratamento térmico: 600, 700, 800, 900, 1000°C.

<b>Fase Ni Metálico 60 minutos</b>					
<b>Temperatura (°C)</b>	<b>spacegroup</b>	<b>Ni (%wt.)</b>	<b>Parâmetro de rede (Å)</b>	<b>Tamanho do Grão (Lvol-FWHM (nm))</b>	<b>Deformação da posição (e0)</b>
<b>600</b>	Fm-3m	1,519	3,6177204	24,019	0,09995
<b>700</b>	Fm-3m	1,841	3,6157946	12,118	0,00001
<b>800</b>	Fm-3m	0,657	3,6267639	9,02	0
<b>900</b>	Fm-3m	0	-	-	-
<b>1000</b>	Fm-3m	0	-	-	-

Tabela 3: Dados da fase Ni metálico em amostras a 60 minutos, preparadas a diferentes temperaturas durante o tratamento térmico mostrando a rede cristalina, a quantidade de óxido de níquel, o parâmetro da rede cristalina, tamanho do grão e a deformação da posição.

Segundo a tabela 3 a alta temperatura de aquecimento é prejudicial para o aparecimento de Ni

metálico, atingindo quantidades nulas em 900 e 1000 °C. Como dito, a temperatura agiu como aceleradora da reação de oxidação no Níquel, diminuindo assim sua quantidade na fase metálica. A maior quantidade de Ni foi em 700°C, temperatura essa que se mostrou mais eficaz até agora no aparecimento e Ni. O parâmetro de rede ficou entre 3,61 e 3,62 enquanto o tamanho do grão decresceu a medida que a temperatura foi aumentada. A deformação só se apresentou mais alta em 600°C.

A fase Ni parece ter melhor desempenho em baixas temperaturas com tempos de aquecimento de 60 minutos.

<b>Fase (Mg,Ni)O 60 minutos</b>					
<b>Tempo de Aquecimento (min)</b>	<b>spacegroup</b>	<b>(Mg,Ni)O (%wt.)</b>	<b>Parametro de rede (Å)</b>	<b>Tamanho do Grão (Lvol-FWHM (nm))</b>	<b>Deformação da posição (e0)</b>
<b>600</b>	Fm-3m	98,490	4,2013678	18,592	0,05000
<b>700</b>	Fm-3m	98,159	4,2013266	33,080	0,04642
<b>800</b>	Fm-3m	99,343	4,2011966	38,813	0,01777
<b>900</b>	Fm-3m	100	4,2014156	54,705	0,03557
<b>1000</b>	Fm-3m	100	4,2012979	70,014	0,05445

Tabela 4: Dados da fase (Mg,Ni)O em amostras a 60 minutos, preparadas a diferentes temperaturas durante o tratamento térmico mostrando a rede cristalina, a quantidade de óxido de níquel, o parâmetro da rede cristalina, tamanho do grão e a deformação da posição.

A fase (Mg,Ni)O nos testes com variações de temperatura em 60 minutos do tempo de aquecimento ( tabela 8), mostraram, como em todos os testes realizados, altos índices desta fase, sempre superiores a 97%. O parâmetro de rede continua se mostrando com poucas variações. O tamanho do cristalito aumentou com o aumento da temperatura, algo que se repete em quase todos os testes e parece se confirmar como um padrão para o material.

Tanto nas amostras feitas em 15 minutos e em 60 minutos constatou-se que a alta temperatura é prejudicial para produção de um material eficaz como catalisador por causa da pouca aparição da fase Ni metálico. Altos níveis desta fase apareceram em temperaturas de 700°C. Na fase (Mg,Ni)O baixas temperaturas são melhores para se obter um menor tamanho de grão. Já que a baixa, temperatura como em 700°C, foi dinamizadora do resultado, as amostras a 600 °C serão mais bem analisadas para que possamos produzi-las novamente com objetivo de melhorar seus resultados.

**Variação no tempo de aquecimento:**

Outro fator importante e que foi variado visando o melhor desempenho do material para o objetivo descrito anteriormente foi o tempo de tratamento térmico. Para ter um ótimo desempenho como catalisador na tri-reforma do metano a quantidade de níquel metálico ao final deve ter o melhor rendimento possível, evitando-se portanto, a oxidação do níquel. Este também deve possuir o menor tamanho de grão possível.

Estas variações foram feitas na produção do material e, posteriormente analisadas e avaliadas sobre suas interferências no resultado final. Estas foram analisadas por difração de raios X empregando o método de Rietveld. As análises também buscaram avaliar os aspectos presentes no material, como dimensões de grãos, as fases formadas e a composição de cada fase, assim como feito com as amostras que avaliaram as influenciam da temperatura de aquecimento.

Um fator avaliado foi à interferência do tempo de aquecimento no forno. As amostras foram produzidas e passaram por tratamento térmico em temperaturas de inicialmente 600°C para comparação do padrão seguido, com variações no tempo de aquecimento. Foram escolhidos tempos de 30, 60, 120, 240 minutos para avaliações.

As amostras foram analisadas por difração de raios X empregando o método de Rietveld. Estas análises procuram determinar a influência dos diferentes parâmetros de tratamento sobre as dimensões de grãos de compósito, as fases formadas e a composição de cada fase. A tabela abaixo mostra como se comportaram as difrações das amostras aquecidas a 600°C que detalham cada aspecto da análise seguidas pelo gráfico da difração em cada tempo (30, 60, 120 e 240 minutos).

Fase (Mg,Ni)O 600°C					
Tempo de Aquecimento (min)	spacegroup	(Mg,Ni)O (%wt.)	Parametro de rede (Å)	Tamanho do Grão (Lvol-IB (nm))	Deformação da posição (e0)
30	Fm-3m	88,157	4,2013086	6,409	0,03831
60	Fm-3m	100,000	4,1995952	8,596	0,05897
120	Fm-3m	100,000	4,2011109	6,247	0,00416
240	Fm-3m	100,000	4,1994073	7,538	0,04461

Tabela 5: Dados da fase (Mg,Ni)O em amostras a 600°C, preparadas em diferentes tempos no tratamento térmico mostrando a rede cristalina, a quantidade de óxido, o parâmetro da rede cristalina, tamanho do grão e a deformação da posição.

Fase Ni metálico 600°C					
Tempo de Aquecimento (min)	spacegroup	Ni (%wt.)	Parametro de rede (Å)	Tamanho do Grão (Lvol-IB (nm))	Deformação da posição (e0)
30	Fm-3m	11,843	3,6066686	46,803	0,10001
60	Fm-3m	0,000	-	-	-
120	Fm-3m	0,000	-	-	-
240	Fm-3m	0,000	-	-	-

Tabela 6: Dados da fase Ni metálico em amostras a 600°C, preparadas em diferentes tempos no tratamento térmico mostrando a rede cristalina, a quantidade de Ni metálico, o parâmetro da rede cristalina, tamanho do grão e a deformação da posição.

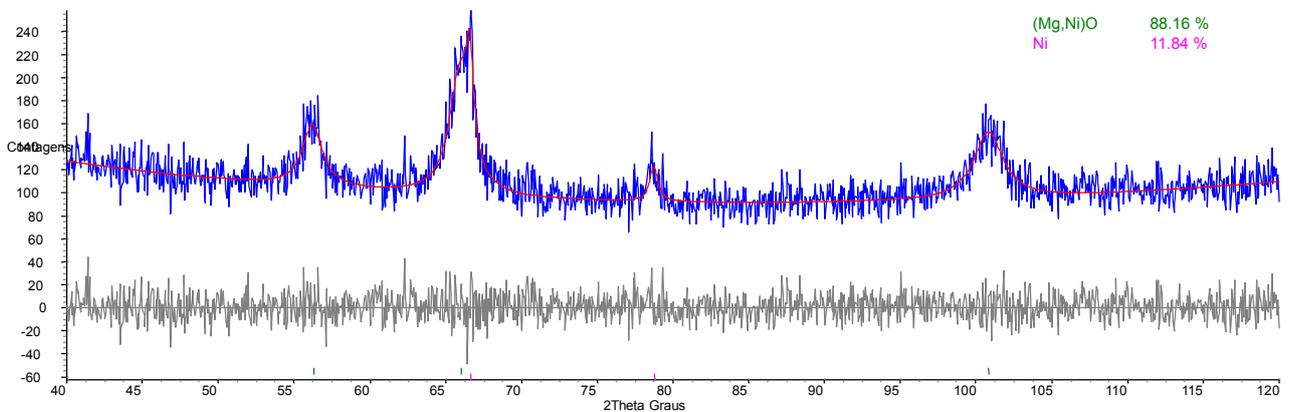


Figura 7: Gráfico de 30 minutos de tratamento térmico

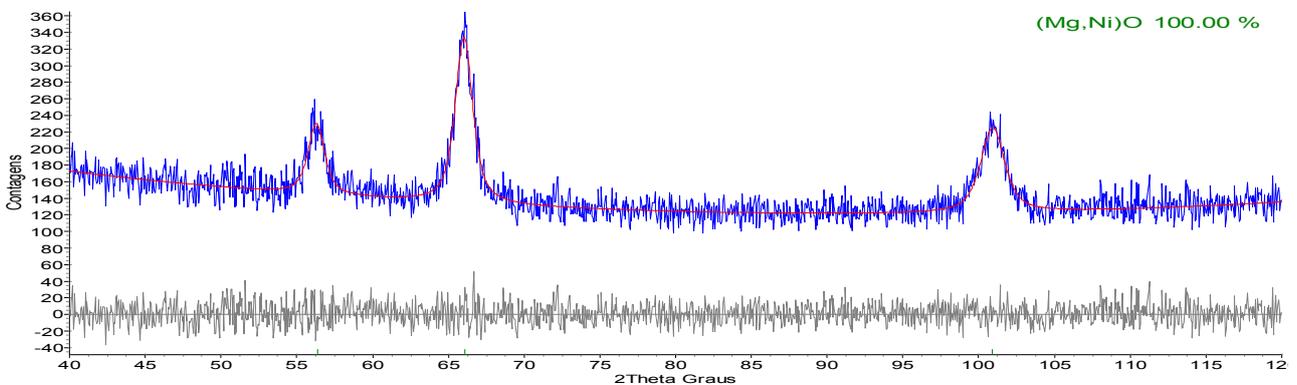


Figura 8: Gráfico de 60 minutos de tratamento térmico

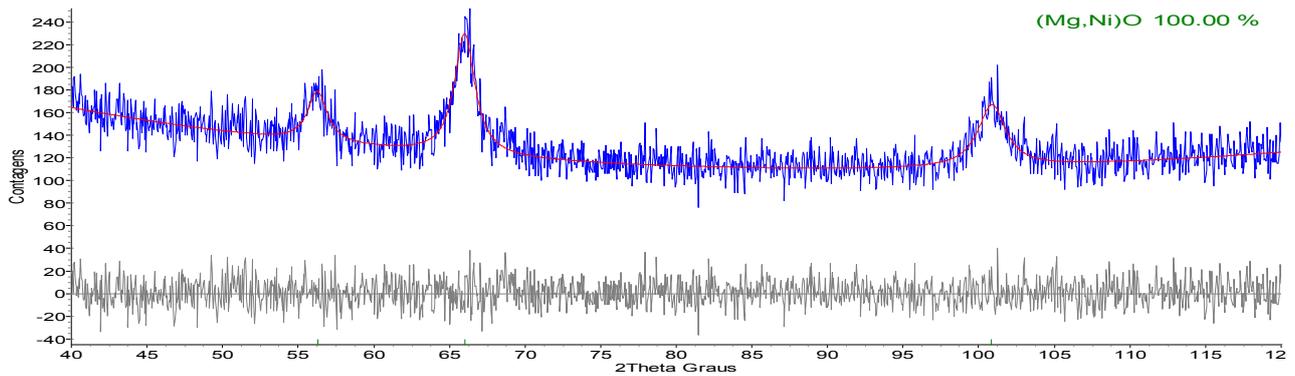


Figura 9: Gráfico de 120 minutos de tratamento térmico

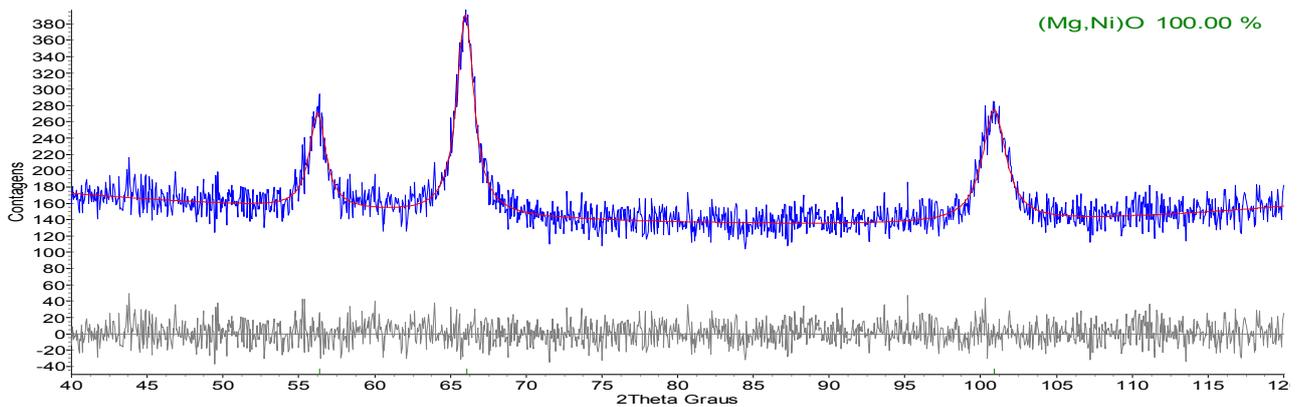


Figura 10: Gráfico de 240 minutos de tratamento térmico

Na tabela 5 mostra-se o detalhamento da fase (Mg,Ni)O com seus diferentes parâmetros de comparação. Esta amostra não nos dá um padrão nos resultados em relação ao tempo de aquecimento, porém percebe-se que o menor tamanho de cristalito se encontra em 120 minutos com 6,247, juntamente com a menor deformação da posição que chega a ser menor que as demais na ordem de  $10^{-1}$ .

A percentagem em massa foi bastante elevada, não tendo ocorrido a total oxidação do Ni apenas em 30 minutos. O parâmetro de rede seguiu na fase (Mg,Ni)O com poucas variações, com todos por volta de 4,2 Å.

Já a tabela 6 nos mostra a fase do Ni metálico que apenas ocorreu no tempo de 30 minutos mas que apareceu de forma bastante expressiva, teve como percentagem em massa quase 12%. Porém, o tamanho do cristalito foi bastante alto e teve um parâmetro de rede menor do que a média na fase (Mg,Ni)O que era de aproximadamente 4,2 Å. A deformação da posição foi bem maior nesta fase que na fase (Mg,Ni)O considerando todos os tempos estudados.

**Variação do tempo de aquecimento com tubo fechado:**

Assim como estudado no item anterior, houve uma variação no tempo do tratamento térmico. Porém, este teste foi especificamente visado o fechamento do tubo de aquecimento durante o tratamento.

Tal atitude foi estudada pois ficou-se entendido que há uma tendência do Ni em oxidar ao invés de ir para sua forma metálica. Esta tendência deve ser minimizada no momento onde a atmosfera onde o aquecimento ocorre sofre falta de oxigenação, forçando com que o Ni não oxide e sim, vire sua forma metálica.

Logo, o principal objetivo nesse momento era evitar a fluidez do oxigênio no meio do tratamento para evitar a formação do Óxido de Níquel. E esta maneira foi encontrada através do fechamento do forno.

Abaixo segue a tabela onde se mostra o comportamento das difrações das amostras aquecidas a 600°C em um tubo fechado que detalham cada aspecto da análise seguidas pelo gráfico da difração em cada tempo (15, 30, 60 e 240 minutos).

<b>Fase (Mg,Ni)O 600°C/ Tubo fechado</b>					
<b>Tempo de Aquecimento (min)</b>	<b>spacegroup</b>	<b>(Mg,Ni)O (%wt.)</b>	<b>Parametro de rede (Å)</b>	<b>Tamanho do Grão (Lvol-IB (nm))</b>	<b>Deformação da posição (e0)</b>
<b>15</b>	Fm-3m	99,287	4,1976515	3,814	0,08203
<b>30</b>	Fm-3m	100,000	4,2005789	10,450	0,08203
<b>60</b>	Fm-3m	100,000	4,2007667	13,098	0,05532
<b>240</b>	Fm-3m	100,000	4,2011435	14,618	0,08201

Tabela 7: Dados da fase (Mg,Ni)O em amostras a 600°C em um tubo fechado, preparadas em diferentes tempos no tratamento térmico mostrando a rede cristalina, a quantidade de óxido, o parâmetro da rede cristalina, tamanho do grão e a deformação da posição.

<b>Fase Ni metálico 600°C/ Tubo fechado</b>					
<b>Tempo de Aquecimento (min)</b>	<b>spacegroup</b>	<b>Ni (%wt.)</b>	<b>Parametro de rede (Å)</b>	<b>Tamanho do Grão (Lvol-IB (nm))</b>	<b>Deformação da posição (e0)</b>
<b>15</b>	Fm-3m	0,713	4,1976515		0,08
<b>30</b>	Fm-3m	0,000	-	-	-
<b>60</b>	Fm-3m	0,000	-	-	-
<b>240</b>	Fm-3m	0,000	-	-	-

Tabela 8: Dados da fase Ni metálico em amostras a 600°C, preparadas em diferentes tempos no

tratamento térmico mostrando a rede cristalina, a quantidade de Ni metálico, o parâmetro da rede cristalina, tamanho do grão e a deformação da posição.

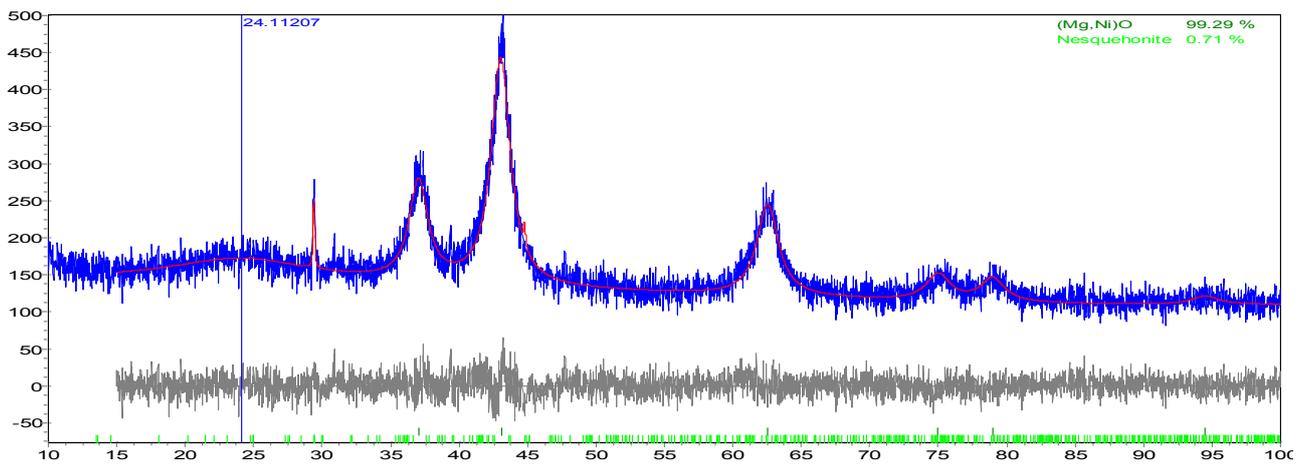


Figura 11: Gráfico de 15 minutos de tratamento térmico com tubo fechado

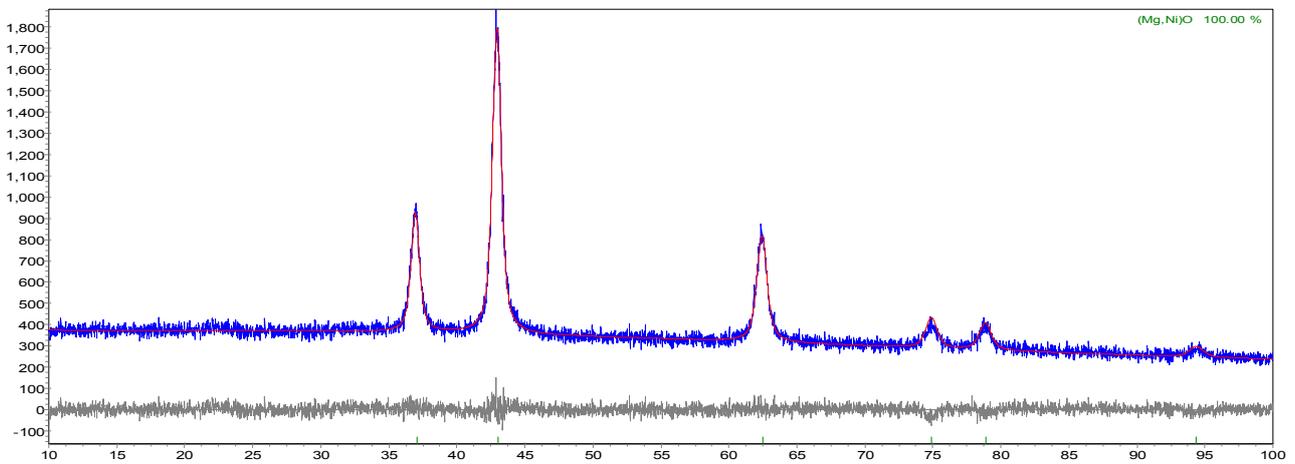


Figura 12: Gráfico de 30 minutos de tratamento térmico com tubo fechado

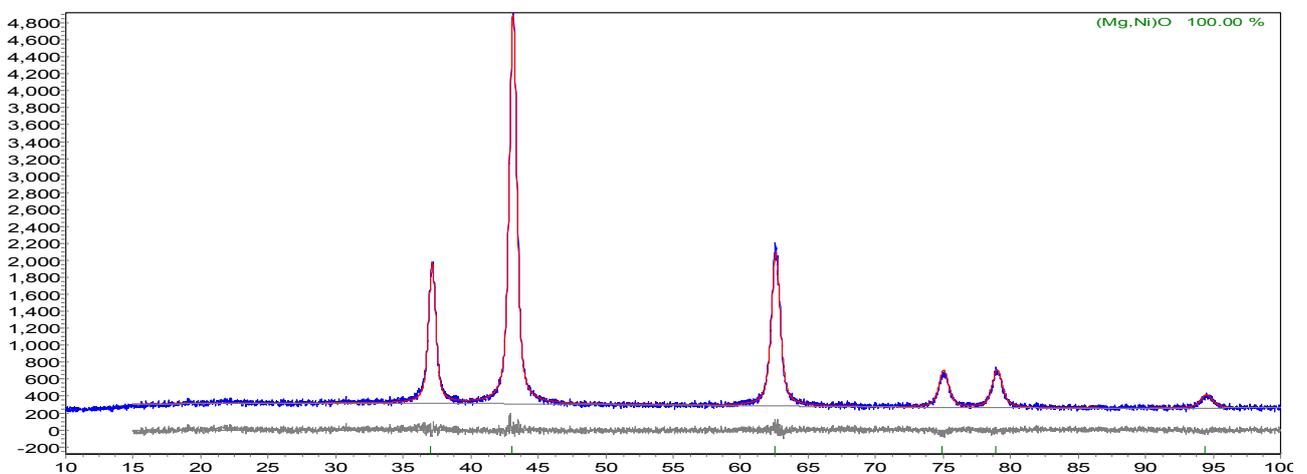


Figura 13: Gráfico de 60 minutos de tratamento térmico com tubo fechado

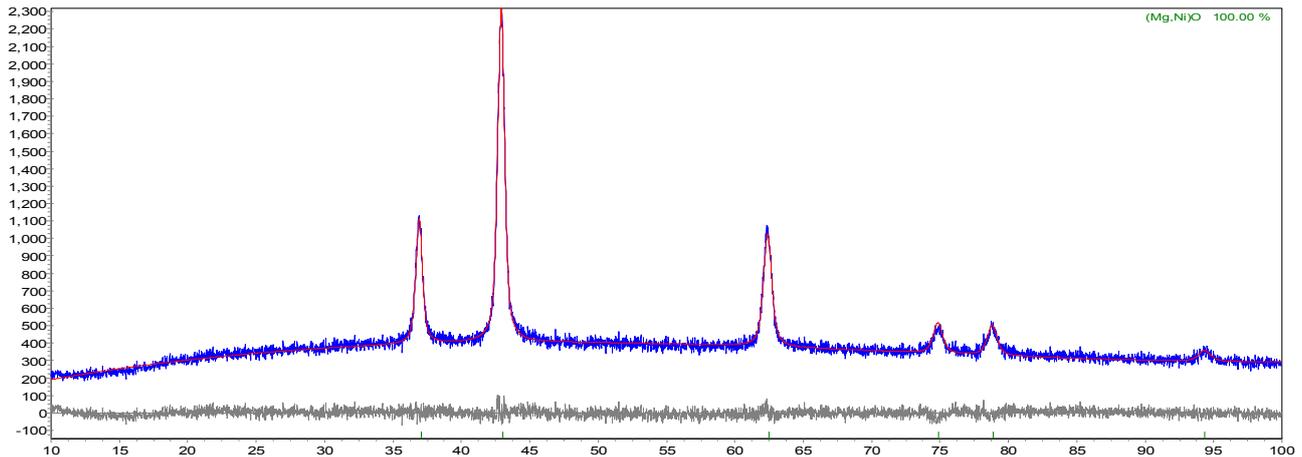


Figura 14: Gráfico de 240 minutos de tratamento térmico com tubo fechado

Na tabela 7 mostra-se o detalhamento da fase (Mg,Ni)O com seus diferentes parâmetros de comparação em um aquecimento com tubo fechado. Esta amostra nos dá um padrão no resultado do tamanho do grão em relação ao tempo de aquecimento, ele vem aumentando conforme o tempo aumento. Repara-se também que há um grande aumento de 15 para 30 minutos e que depois os aumentos são menores. Lembra-se também que quanto menor o grão mais próximo do objetivo ele chega.

Quanto a deformação da posição e ao parâmetro de rede, houve uma certa constancia. Durante todos os tempos testados houve uma média de  $4,2 \text{ \AA}$  e  $0,07$ , respectivamente,

Porém, quanto a tabela 8, percebe-se que não houve um grande rendimento quanto a quantidade de Ni metálico presente na amostra. Apareceu apenas em 15 minutos e numa quantidade muito pequena.

#### Variação do intervalo de adição do Nitrato de Magnésio e do Nitrato de Níquel:

Fase (Mg,Ni)O 600°C/intervalo: 15 minutos					
Tempo de Aquecimento (min)	spacegroup	(Mg,Ni)O (%wt.)	Parametro de rede (Å)	Tamanho do Grão (Lvol-IB (nm))	Deformação da posição (e0)
60	Fm-3m	100,000	4,1986907	10,189	0,08188
120	Fm-3m	100,000	4,1990292	10,674	0,04361
240	Fm-3m	100,000	4,1988171	14,021	0,04297

Tabela 9: Dados da fase (Mg,Ni)O em amostras a 600°C com 15 intervalo entre a adição do Nitrato de Magnésio e o Nitrato de Níquel, preparadas em diferentes tempos no tratamento térmico mostrando a rede cristalina, a quantidade de óxido, o parâmetro da rede cristalina, tamanho do grão e a deformação da posição.

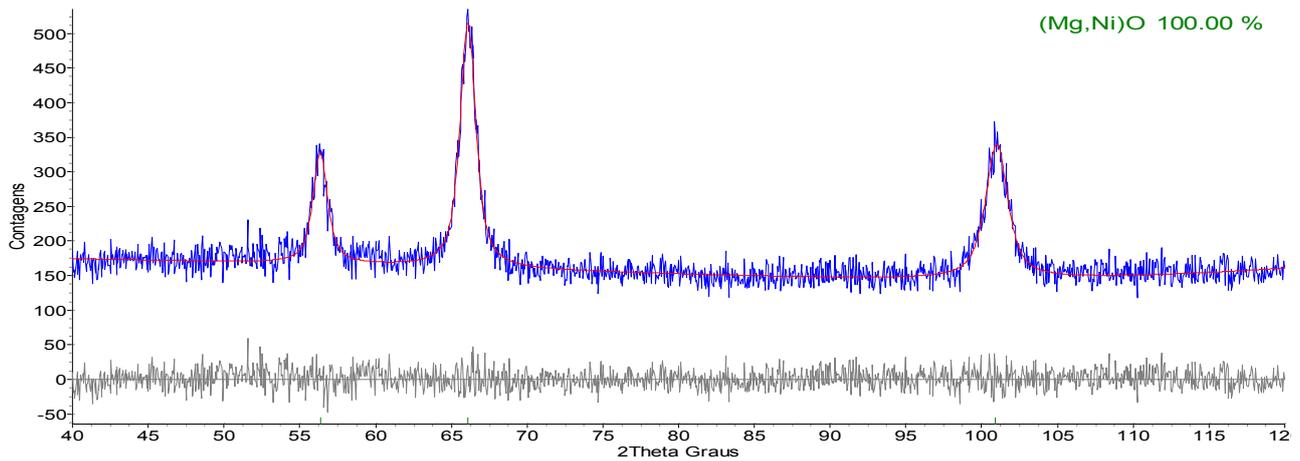


Figura 15: Gráfico de 60 minutos de tratamento térmico com intervalo de 15 minutos

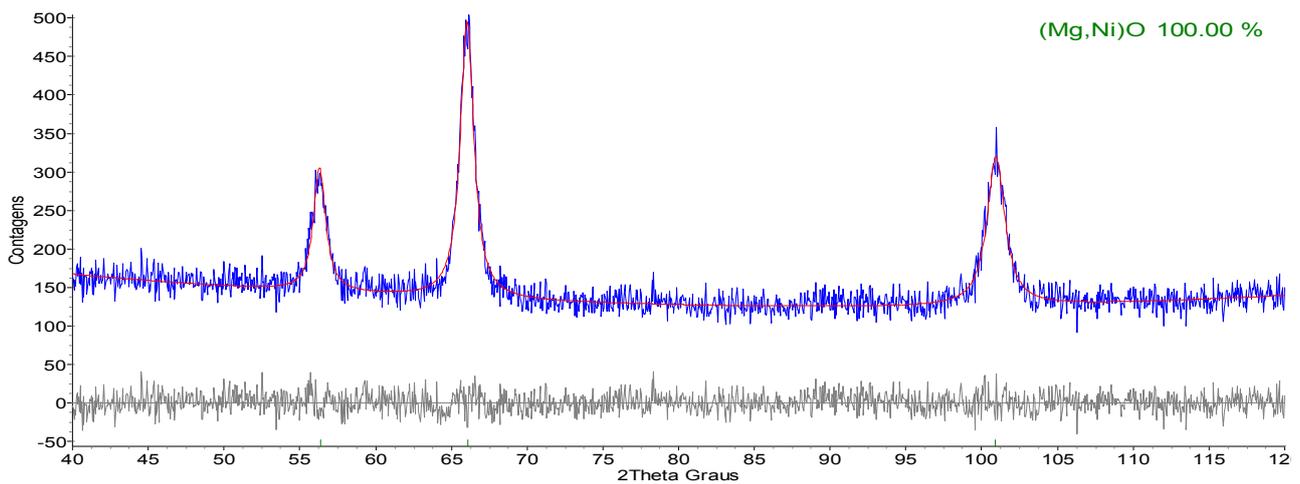


Figura 16: Gráfico de 120 minutos de tratamento térmico com intervalo de 15 minutos

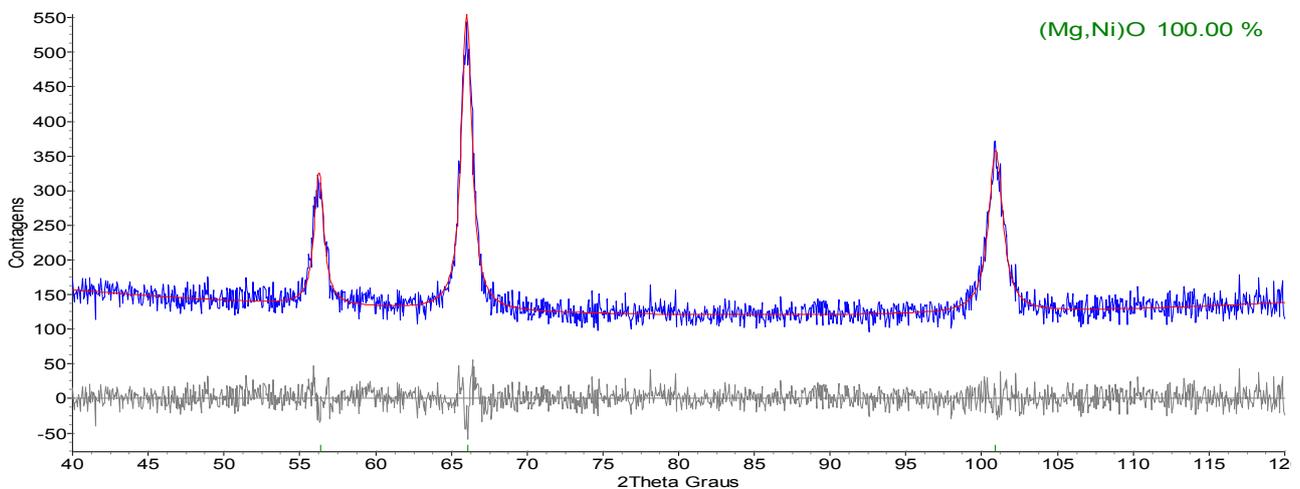


Figura 17: Gráfico de 240 minutos de tratamento térmico com intervalo de 15 minutos

Na tabela 9 que mostra o fase (Mg,Ni)O a 600°C com intervalo de 15 minutos entre as adições em diferentes tempos e nela estão descritas algumas características do material.

Percebe-se que em todos os tempos não há aparição alguma de Ni metálico, todo o Ni foi

oxidado. Além disso, há uma progressão no tamanho do grão conforme o tempo porém todos já se mostram bem grandes maiores dos que já foram conseguidos anteriormente.

O parâmetro de rede se mostra constante para todos os tempos e a deformação está com bons valores, mas vale ressaltar que aos 60 minutos o valor da deformação foi o dobro do medido nos outros dois tempos (120 e 240 minutos)

## **5. Conclusão**

Esta pesquisa permitiu uma maior compreensão do comportamento das amostras sobre variações de três fatores, temperatura, tempo de aquecimento e intervalo de adição. Em todos os fatores pudemos ver comportamentos de características importantes para o desempenho como catalisador na reação da tri-reforma do metano.

Os resultados mostram que as temperaturas mais baixas e o tempo de aquecimento de por volta de 15, 30 minutos são as melhores condições para produção do material com rendimento esperado de 50% de níquel metálico. Isto é devido ao maior rendimento do Ni metálico e aos menores tamanhos de grão de MgO.

Porém, apesar de um tamanho de grão grande, a primeira linha da tabela 6 que caracteriza o processo a 600°C durante 30 minutos de aquecimento sem intervalo nos mostra um alto rendimento de Ni metálico, maior do que foi achado em qualquer outro método.

Elevados tempos de aquecimento e temperaturas ajudam a oxidação no níquel e favorecem a solubilização do níquel no óxido de magnésio, conseqüentemente não são de interesse pois o ideal é que não haja oxidação qualquer de níquel.

Quando houve um intervalo entre as adições de Nitrato de Magnésio e Nitrato de Níquel também não houve nenhuma melhora para o nosso objetivo já que não houve aparição nenhuma de Ni metálico. Porém, isso pode ter acontecido pelos altos tempos de teste que foram feitos. Mas de qualquer maneira não nos foi útil até o momento.

A avaliação da temperatura continuará sendo muito estudada, para que os resultados possam ser dinamizados a fim de encontrar a melhor temperatura para produção, encontrando possíveis falhas e imediatamente as corrigindo. Da mesma forma, o tempo de aquecimento também continuará sendo muito avaliado no decorrer desta pesquisa para melhorarmos cada vez mais nossos resultados. Além disso, será feito um estudo ainda mais profundo com relação ao efeito do intervalo de adição na eficácia do material. Pois acreditasse que com esse intervalo o Ni ocupe outros lugares na amostra e, portanto não se junte ao composto (Mg,Ni)O ao final. Outras possíveis utilizações sempre serão propostas para que possamos avaliar por completo o material e, portanto, testadas para vermos sua eficácia.

O mais importante é que vamos continuar estudando todos estes fatores para dinamizar os resultados e então começar a aplicar as amostras diretamente na reação da tri-reforma do metano.

**Referência**

JIANG, H., LI, H., XU, H., ZHANG, Y.; Preparation of Ni/MgxTi1 - xO catalysts and investigation on their stability in tri-reforming of methane; Fuel Processing Technology 88, 988-995, 2007.