

## SÍNTESIS DE ÓXIDO MIXTO DE Nb:NI SOBRE DIFERENTES SUSTRATOS MONOLÍTICOS

José Santander<sup>(a)</sup>, Alejandra S. Diez<sup>(b)</sup>, Mariana Dennehy<sup>(b)</sup>, Marisa Pedernera<sup>(a)</sup>, Gabriela Tonetto<sup>(a)</sup>

(a) PLAPIQUI (UNS-CONICET), Camino La Carrindanga Km. 7, Bahía Blanca, 8000 Argentina (b) INQUISUR -Dpto. Química, Universidad Nacional del Sur, Alem 1253, Bahía Blanca, (8000) Argentina.

Mail: gtonetto@plapiqui.edu.ar

El etileno es la materia prima para una gran variedad de productos. A escala industrial, es producido mayoritariamente por craqueo térmico de hidrocarburos. Esta reacción es altamente endotérmica, está limitada por el equilibrio químico y es favorecida a bajas presiones parciales de etano y altas temperaturas. La deshidrogenación oxidativa (ODH) de etano constituye una alternativa prometedora respecto del proceso convencional. De la amplia gama de catalizadores que están siendo actualmente estudiados en la reacción de ODH de etano, los óxidos mixtos de Ni-Nb presentan una elevada actividad y selectividad [1]. Aparecen, sin embargo, otros desafíos: lograr buena selectividad hacia etileno y un adecuado control de la temperatura. Para lograrlo, una alternativa novedosa es la utilización de reactores monolíticos, donde el fluido circula en canales de geometría definida y el catalizador se encuentra depositado en la pared de los canales. De esta forma se presentan elevadas velocidades de transferencia de calor debido a la alta área por unidad de volumen.

En el presente estudio se reportan los resultados de la síntesis de óxidos mixtos de Ni-Nb a partir del método de combustión in situ, que es una técnica rápida y eficaz para la obtención de una amplia variedad de sólidos, sobre sustratos monolíticos cerámicos y metálicos. Se realizó un estudio sistemático de la estructura y la morfología del óxido obtenido sobre los diferentes sustratos mediante SEM, EDAX y DRX, y estos resultados fueron relacionados con la adherencia de los óxidos a las superficies.

*Experimental:* La síntesis de los óxidos mixtos se realizó a partir de una suspensión acuosa de óxido de niobio (V) monohidratado, acetato de níquel (II) tetrahidratado en una relación 1:2 molar, y sacarosa (1 mol por cada mol de óxido a obtener). Los sustratos (Tabla 1) se sumergieron en la preparación. Las suspensiones se calentaron con agitación mecánica hasta sequedad en placa calefactora. La combustión fue espontánea, duró unos pocos minutos. El material obtenido, luego de la combustión, se calcinó en un horno a 600°C, por 13 hs a una velocidad de calentamiento de 10°/min.

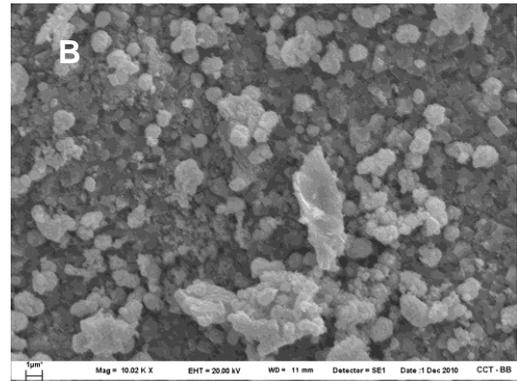
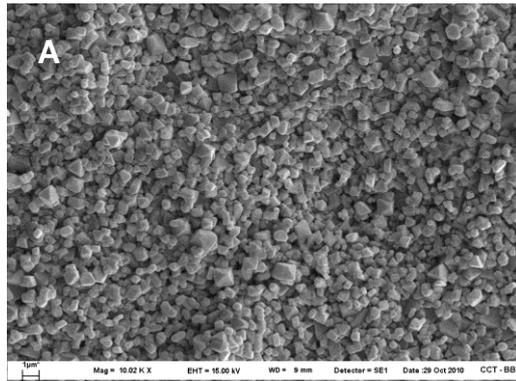
Para el estudio de la morfología del óxido depositado sobre los sustratos se empleó la microscopía electrónica de barrido (SEM) con un equipo JEOL 35 CF, las mediciones se realizaron a 1 Torr de presión y con una energía de disparo de 25 keV. La adherencia de la capa de catalizador al sustrato fue estimada por el método de ultrasonidos [2].

*Resultados:* Se logró depositar el óxido mixto níquel-niobio por el método de combustión in situ sobre distintas sustratos (Tabla 1). Las micrografías SEM permitieron determinar el tamaño y distribución de las partículas de óxido sobre las superficies (Fig. 1 a 4). Los mejores resultados en cuanto a carga y adherencia se lograron sobre aluminio anodizado. El corrugado de las placas generó mayores cargas de sólido, probablemente debido a un anclaje mecánico del óxido.

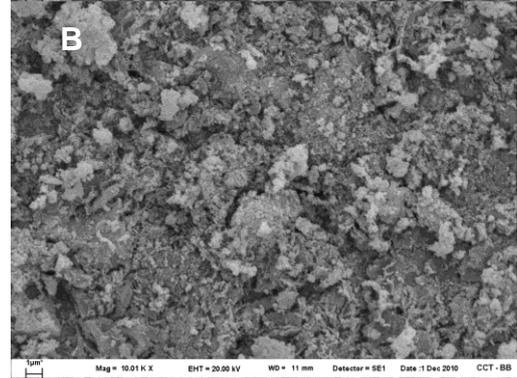
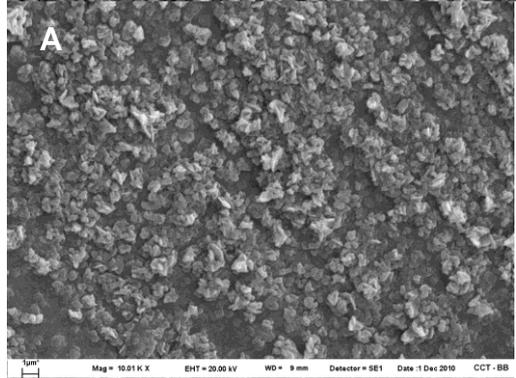
**Tabla 1.** Carga de óxido depositada en los distintos sustratos, expresada como masa de óxido por área de sustrato (mg cat/cm<sup>2</sup> sustrato) y los resultados del test de adherencia

SUSTRATO	Ganancia neta (%, g cat/g sustrato)	Ganancia superficial (mg cat/cm <sup>2</sup> sustrato)	Test Adh. (%)
Fecralloy liso	0,8	0,14 ± 0,06	25,6
Fecralloy corrugado	1,4	0,24 ± 0,07	22,1
Al anodizado liso	9,2	0,98 ± 0,24	84,0
Al anodizado corrugado	10,3	1,17 ± 0,19	90,6
AISI 430	8,5	0,26 ± 0,02	65,3

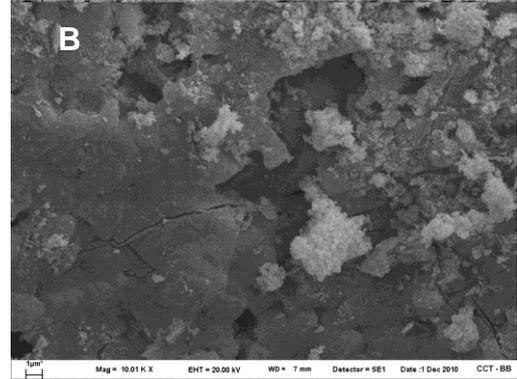
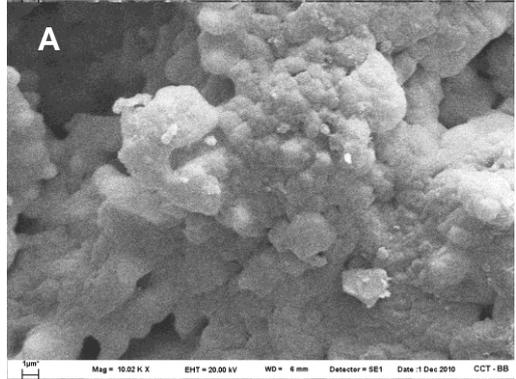
**Fig. 1.** A, acero AISI 430 calcinado 22h 900°C, B, NiNb/AISI 430



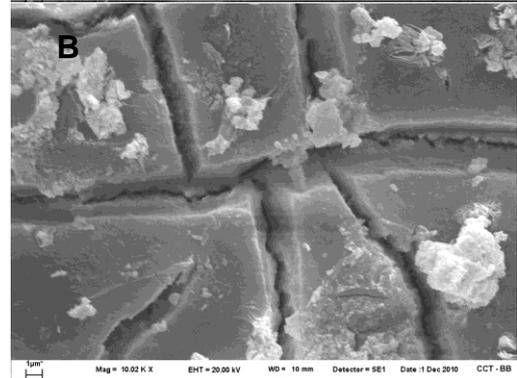
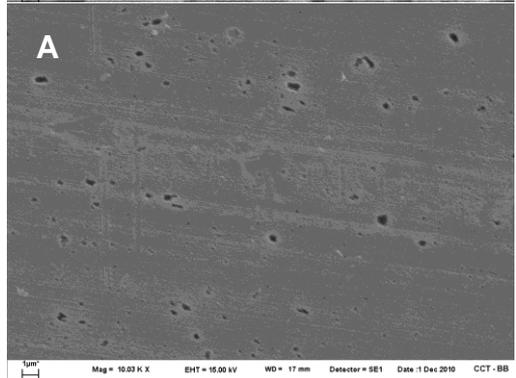
**Fig. 2.** A, Acero Fecralloy calcinado 22h 900°C, B, NiNb/Fecralloy



**Fig. 3.** A, Cordierita, B, NiNb/cordierita



**Fig. 4.** A, Aluminio anodizado, B, NiNb/Al anodizado



**REFERENCIAS**

- [1] E. Heracleous et al. J. Catal. 237(2006)162
- [2] S. Yasaki; Y. Yoshino; K. Ihara; K. Ohkubo; US Patent 5,208,206, 1993.

Palabras clave: SEM, catalizadores monolíticos, níquel, niobio, morfología