

# ESTUDOS COMPLEMENTARES SOBRE OTIMIZAÇÃO DE TESTES DE COMPRESSÃO DE MATERIAIS MESOPOROSOS

Sabrina Cezário da Silva<sup>1</sup>, orientador: Rodrigo Condotta<sup>2</sup>

<sup>1,2</sup> Centro Universitário da FEI – Departamento de Engenharia Química  
sah\_cezario@hotmail.com<sup>1</sup> | rcondotta@fei.edu.br<sup>2</sup>

**Resumo:** O presente projeto tem por objetivo o desenvolvimento de uma metodologia de compressão e avaliação das melhores condições suportadas por cada material, inerente de suas condições de síntese. Sendo assim, foram realizados testes de compressão empregando amostras de materiais mesoporosos da família M41S sintetizados em trabalhos de Iniciação Científicas anteriores. A metodologia de caracterização das amostras consistiu na realização de análises de difração de raios-X e fisissorção de N<sub>2</sub> antes e depois da etapa de compressão. Como resultado, verificou-se que há uma possível influência tanto da temperatura quanto da fonte de sílica na resistência mecânica dos materiais.

## 1. Introdução

O objetivo desse projeto visa avaliar e comparar as melhores condições de síntese de cada peneira molecular. As peneiras moleculares são sólidos porosos capazes de adsorver seletivamente átomos ou moléculas cujo tamanho permite sua entrada dentro dos seus poros [1].

Tal característica tornam essas materias grandes potencializadores em catálises heterogêneas, com grande viabilidade em refinarias e petroquímicas. Em 1992 um grupo de cientistas da Mobil Oil Corporation sintetizaram uma família de materiais mesoporosos denominada M41S constituída por três estruturas: MCM-41, MCM-48 e MCM-50. Dentre estas, a MCM-48 é a que apresenta maior potencial de uso, devido seus sistemas de canais mesoporosos tridimensionais independentes [2].

Entretanto, a sua aplicação está limitada a pressão do sistema que esta estrutura pode suportar. Assim, este trabalho consistiu na realização de testes de compressão para verificar a pressão suportada pelas estruturas obtidas experimentalmente.

## 2. Metodologia

O trabalho consistiu essencialmente na compressão de amostras de peneira molecular da família M41S (MCM-41 e MCM-48) provenientes de trabalhos de Iniciação Científicas anteriores, cujo objetivo era avaliar o tipo de estrutura formado variando-se a composição e o tipo de fonte de sílica empregados na síntese, além do tempo e temperatura de reação [3, 4].

Em linhas gerais, estes trabalhos consistiram na síntese de materiais variando-se:

- Fonte de Sílica: TEOS (Ortossilicato de tetraetila), Aerosil (sílica pirolisada) e LUDOX (Sílica coloidal)
- Temperatura de reação: 120° e 140°C
- Tempo de reação: 24 e 48 horas.

Os testes de compressão têm por objetivo verificar a resistência mecânica das peneiras moleculares de acordo com as pressões exercidas. Para a caracterização das mesmas, foram utilizadas duas metodologias: Difração de Raio-X (DRX) e Fisissorção de Nitrogênio. A técnica de difração de Raio-X tem a finalidade de identificar a fase cristalina presente na amostra sintetizada e o seu grau de organização. Através da técnica de Fisissorção de Nitrogênio é possível obter alguns parâmetros específicos dos materiais mesoporos sintetizados de suma importância para o projeto, tais como a área superficial da amostra e o diâmetro médio dos poros.

• **Teste de Compressão:** Foram realizados no Laboratório de Materiais Cerâmicos do CLM em uma prensa hidráulica manual, da marca CHARLOTT, com limite de 10 toneladas-força. Para a realização dos testes, introduziu-se as amostras no interior de uma sistema punção-cilindro e em seguida, aplicou-se a força desejada sobre a punção: 0,3, 0,5, 0,8, 1,0 Tonf/cm<sup>2</sup>.

• **Difração de Raio-X (DRX):** Foi realizada no CLM com o auxílio do difratômetro de Raio-X, modelo XRD-700, marca Shimadzu. A metodologia utilizada na análise baseou-se no uso de pequenos ângulos no intervalo de 1,5° a 10° com passo de 0,025°. A fonte geradora consistia-se em um tubo de cobre, com intensidade de 30kV e corrente de 30 mA. A partir da distância angular estabelecida pelo primeiro pico, é possível calcular, através da Lei de Bragg, tanto a distância interplanar ( $d_{hkl}$ ) quanto o valor do parâmetro de rede ( $a_0$ ). Sabendo-se que a fonte geradora é o cobre, cujo comprimento de onda correspondente à  $\lambda = 0,1541$  nm, e considerando  $2\theta$  o valor do ângulo lido no eixo das abcissas do difratograma, obtemos a seguinte Lei de Bragg:

$$d_{hkl} = \frac{0,1541}{2\text{sen}\left(\frac{2\theta}{2}\right)} \quad (1)$$

Para a determinação do parâmetro de rede, deve-se identificar a estrutura formada já que o cálculo da mesma segue uma certa relação para cada tipo de estrutura. Para a estrutura em estudo (MCM-48) propõe-se a análise a partir dos picos de reflexão dos planos (211), (220) e (332).[3]. Para as estruturas MCM-48, a relação é dada por:

$$a_{211} = \sqrt{6} * d_{211} \quad (2)$$

• **Fisissorção de Nitrogênio:** Foi realizada no CLM utilizando o analisador de porosidade e área superficial, modelo Gemini VII 2390t, da marca Micromeritics. Inicialmente, pesou-se um tubo de ensaio vazio e adicionou-se certa quantidade de amostra a ser

analisada no mesmo, respeitando o intervalo entre 0,15 e 0,25 gramas. Posteriormente, realizou-se um tratamento térmico para a remoção da umidade adsorvida à 250°C por um período de 8h e sob vácuo. Ao término do tratamento térmico, pesou-se a amostra novamente, obtendo assim, o valor real do peso da amostra a ser analisada. A fim de atender os objetivos desta caracterização, a fisissorção foi efetuada a partir de um equilíbrio de 34 pontos, programados nas pressões parciais (P/P0) de 0 a 0,98. Desta maneira, através dos modelos B.E.T. (Brunauer-Emmett-Teller) e B.J.H (Barret-Joyner-Halenda) pode-se determinar tanto a área superficial da amostra quanto o diâmetro dos poros.

- Espessura das paredes: Através de uma relação entre as técnicas de caracterização, pode-se calcular a espessura das paredes dos poros. O cálculo para a determinação da espessura é dado pela diferença entre o parâmetro de rede ( $a_{hkl}$ ), calculado pela equação (2), e o diâmetro médio dos poros ( $D_p$ ), adquirido pela fisissorção de nitrogênio.

$$t = a_{hkl} - D_p \quad (3)$$

### 3. Resultados

Após a realização de todos dos testes de compressão com as amostras foram realizadas as análises gráficas para estimar a porcentagem de destruição a cada pressão efetiva, conforme demonstrado na Figura 1 abaixo:

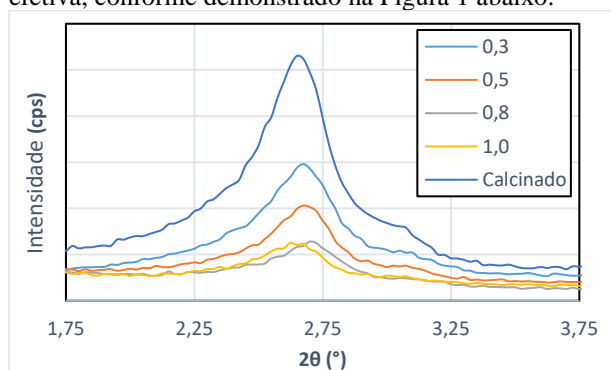


Figura 1 – Difratograma da amostra A-07 antes e após teste de compressão.

Na Figura 1 podemos observar o comportamento da amostra A-07 ao longo de todo o processo de compressão. Observa-se que tal amostra possui uma organização estrutural, já que seus picos permaneceram intensos ao longo de todo o processo.

Em seguida, calculou-se a porcentagem de destruição a cada pressão efetiva, conforme demonstrado na equação 4:

$$\% \text{ destruição} = \left( 1 - \frac{\text{Intensidade Pico}}{\text{Intensidade Calcinado}} \right) * 100 \quad (4)$$

Aplicou-se as equações (1), (2) e (3) afim de obter a espessura da parede da microestrutura, analisando assim, a resistência mecânica da mesma. Na Tabela I, é possível observar o comportamento da amostra da Figura 1 e da amostra T-03:

Tabela I – Correlação entre a pressão exercida com a porcentagem de destruição após o processo de compressão e a espessura de sua parede

tonF	A 07		T 03	
	%Destr	Esp(nm)	%Destr	Esp(nm)
0,3	44,153	4,818	45,772	2,971
0,5	61,109	4,247	56,389	4,012
0,8	75,802	4,341	59,568	4,328

Analisando os dados apresentados na Tabela I, verifica-se uma resistência mecânica das amostras analisadas, evidenciada pelo ganho de espessura na parede ao longo do processo de compressão.

### 4. Conclusões

A execução dos testes de compressão bem como a aplicação das equações (1), (2), (3) e (4), permitiu avaliar um efeito de ganho de espessura da parede e a possível influência da temperatura e da fonte de sílica sobre a resistência mecânica das amostras. Visto que, as amostras que obtiveram um melhor resultado foram sintetizadas a diferentes temperaturas e fontes de sílica, conforme demonstrado na Tabela II:

Tabela II – Melhores resultados apresentados após os testes de compressão

Amostra	Fonte de Sílica	Temp. (°C)	Tempo (h)	% Destr. à 0,8 tonF
T 03	TEOS	120	72	59,568
L 01	LUDOX	120	24	61,746
A 07	Aerosil	120	24	75,802
A 04	Aerosil	140	24	46,731

### 5. Referências

- [1] LUNA, F. J.; SCHUCHARDT, U., Modificação de Zeólitas para uso em Catálise. *Quím. Nova*, v. 24, p. 885-892, 2001.
- [2] WANG, S.; WU, C.; SUN, Y. The synthesis of MCM-48 with high yields. 2001. Institute of Coal Chemistry Chinese Academy of Sciences, China, 2001.
- [3] BESSA, B. G. Desenvolvimento e caracterização de materiais mesoporosos - Etapa I: síntese e caracterização de Si-MCM-48 para uso como suporte de catalisadores. Iniciação Científica. Centro Universitário FEI. 2016.
- [4] MARTINS, E.G. Síntese e caracterização mecânica de peneiras moleculares mesoporosas do tipo Si-MCM-48. Iniciação Científica. Centro Universitário FEI. 2017.

### Agradecimentos

À instituição Centro Universitário da FEI pela realização das medidas ou empréstimo de equipamentos.

<sup>1</sup> Aluno de IC do Centro Universitário FEI (ou FAPESP, CNPq ou outra). Projeto com vigência de 02/18 a 08/18.