

# ESTUDO EXPLORATÓRIO DO AUMENTO DE DIÂMETRO DE POROS DE ESTRUTURAS MESOPORAS

Enzo Luigi Benatti<sup>1</sup>, Rodrigo Condotta<sup>2</sup>

<sup>12</sup> Departamento de Engenharia Química, Centro Universitário FEI

<sup>12</sup> unieebenatti@fei.edu.br; rcondotta@fei.edu.br

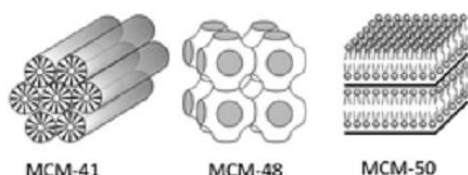
**Resumo:** O uso de peneiras moleculares no cenário da engenharia química é amplo e eficaz, este estudo pretende contribuir com a melhoria no desempenho de tal, analisando o diâmetro dos poros presentes nestas estruturas após a dissolução parcial em soluções de fluoreto de amônio (NH<sub>4</sub>F), para que seja possível amplificar os campos de sua aplicação.

## 1. Introdução

Zeólitas são estruturas de alumínio-silicatos cristalinas, são muito importantes na indústria petroquímica, pois estão presentes em processos de refinamento de petróleo e de produção de combustíveis, tal destaque se dá por sua utilização em catalisadores heterogêneos. [1]

Peneiras moleculares são estruturas constituídas de minerais zeolíticos, por conta de seu baixo custo e característica sustentável, há uma grande adesão destes materiais em processos químicos, essas peneiras podem ser divididas em 3 grupos, a MCM-41 (arranjo hexagonal), a MCM-48 (arranjo cúbico) e MCM-50 (organização laminar). [2]

Figura 1- Estruturas mesoporosas [1]



Este projeto pretende analisar o comportamento dos poros presentes em peneiras moleculares do tipo MCM-48 após a dissolução em fluoreto de amônio (NH<sub>4</sub>F).

## 2. Metodologia

Primeiramente foram realizadas as sínteses das peneiras, por meio de soluções de fontes de silício com água, etanol e hidróxido de sódio (NaOH), por fim, as amostras coletadas eram submetidas a soluções de fluoreto de amônio e analisadas.

Para a realização da síntese hidrotérmica baseada na referência Beck et al. [3] e Kim et al. [4], onde a composição molar é dada por 1SiO<sub>2</sub>: 0,25Na<sub>2</sub>O: 0,27CTABr: 100H<sub>2</sub>O: 3,57C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH, assim tendo como porcentagem em massa 0,28SiO<sub>2</sub>: 0,007Na<sub>2</sub>O: 0,046CTABr: 0,842H<sub>2</sub>O: 0,077C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH.

O material obtido foi então analisado num difrator de raios-X (DRX), para identificação do tipo de peneira molecular formada, e por fissorção de Nitrogênio

(BET), para determinação das características físicas dos poros presentes na estrutura.

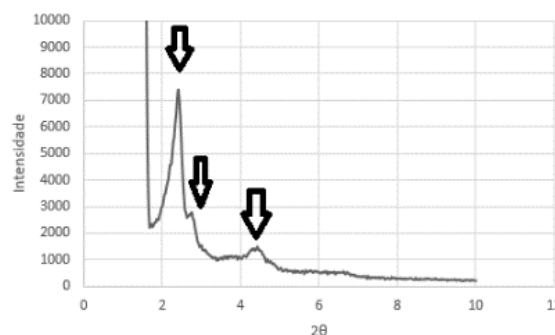
Em seguida, realizou o ataque das estruturas com solução de NH<sub>4</sub>F. O ataque foi realizado sob 2 diferentes condições de concentração (20% e 40%), de temperatura (25°C e 50°C) e 3 de tempo (25, 50 e 75 minutos).

Por fim, as amostras foram submetidas novamente as análises de BET e DRX, para avaliar suas novas condições.

## 3. Resultados

Por meio dos resultados DRX, foi possível observar a condição da estrutura de cada amostra, sendo estas estruturas as apresentadas na figura 1. A seguir é possível notar as características de um gráfico MCM-48, apresentam 3 picos, uma grande inicial, um menor abaixo do grande e uma leve inclinação na linha sequencial.

Figura 2- Gráfico de estrutura MCM-48



A Tabela 1 apresenta as condições de ataque (dissolução da sílica) de que algumas bateladas. Os resultados apresentados evidenciam as mudanças na área superficial, estimadas através do BET, das amostras.

Tabela I – Áreas superficiais e condições de ataque

| Bate-lada | Ataque: Conc(%), tempo (min), Temp. (°C) | Área superficial depois (m <sup>2</sup> /g) | Área superficial antes (m <sup>2</sup> /g) | Porcentagem de diminuição de área superficial |
|-----------|--|---|--|---|
| 03 A      | 40%, 75m, 25°C                           | 1240,85                                     | 353,92                                     | 78,72%  |
| 03 B      | 20%, 75m, 50°C                           |   | 1065,23                                    | 71,48%  |
| 04 A      | 20%, 50m, 50°C                           | 1059,73                                     | 275,69                                     | 73,98%  |
| 04 B      | 40%, 50m, 25°C                           |   | 981,30                                     | 7,40%   |
| 05        | 40%, 25m, 25°C                           | 908,62                                      | 836,58                                     | 7,90%   |

|    |                   |        |        |        |
|----|-------------------|--------|--------|--------|
| 06 | 20%, 75m,<br>50°C | 990,01 | 270,99 | 72,63% |
| 07 | 20%, 75m,<br>50°C | 1089,9 | 208,26 | 80,89% |

É possível notar que as amostras com menores aumentos de poros, mantiveram suas áreas superficiais relativamente altas, como no caso da batelada 03 B e 04 B, essas mantiveram também a estrutura original.

Observa-se que antes das dissoluções as bateladas apresentadas indicaram estruturas do tipo MCM-41 e MCM-48, além disso é possível perceber a diferença do diâmetro dos poros em cada exemplar, já as variações dos diâmetros dos poros das estruturas após o ataque, estas são apresentadas na Tabela 2:

Tabela 2- Relação das áreas superficiais e estruturas após as dissoluções.

| Batelada | Estrutura pós síntese | Diâmetro do poro antes (A) | Diâmetro do poro depois (A) | Porcentagem de aumento do diâmetro |
|----------|-----------------------|----------------------------|-----------------------------|------------------------------------|
| 03 A     | MCM-48                | 34,51                      | 120,14                      | 248,14%                            |
| 03 B     |                       |                            | 51,44                       | 49,05%                             |
| 04 A     | MCM-48                | 33,34                      | 139,30                      | 317,77%                            |
| 04 B     |                       |                            | 57,59                       | 72,68%                             |
| 05       | MCM-41                | 40,11                      | 65,05                       | 62,13%                             |
| 06       | MCM-41                | 42,82                      | 152,83                      | 256,86%                            |
| 07       | MCM-48                | 38,64                      | 168,30                      | 335,45%                            |

Através destes resultados é possível observar que amostras que foram submetidas a longas temperaturas e alta duração, apresentaram um aumento significativo do diâmetro de poros, contudo esse aumento resultou na diminuição da área superficial

Finalmente, observa-se que antes das dissoluções as bateladas apresentadas indicaram estruturas do tipo MCM-41 e MCM-48, além disso é possível perceber a diferença do diâmetro dos poros em cada exemplar. Contudo é necessário analisar se como estas estruturas não se fragilizam e colapsam devido à redução na espessura das paredes, após a dissolução em fluoreto de amônio. Nas figuras 3 e 4 é possível fazer o comparativo desta fragilização após a dissolução.

Figura 3- Gráfico de comparação da estrutura antes e após a dissolução da Batelada 05, estrutura MCM-41

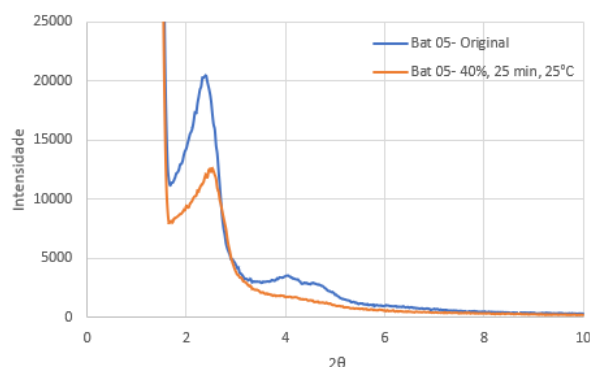
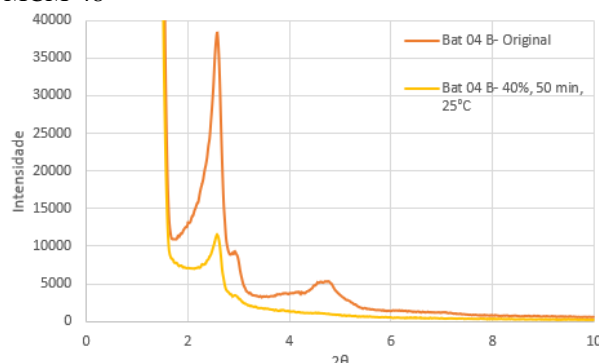


Figura 4- Gráfico de comparação da estrutura antes e após a dissolução da Batelada 04 B, estrutura MCM-48



#### 4. Conclusões

Até o momento os resultados encontrados satisfazem as expectativas do estudo, as intenções futuras serão realizar novas sínteses com outros metais em sua composição como o ferro (Fe) e analisa-las com os objetivos de formação da estrutura MCM-48 e aumento dos respectivos poros, sem prejudicar a estrutura inicial.

#### 5. Referências

- [1] LUNA, F. J.; SCHUCHARDT, U. Modificação de zeólitas para uso em catálise. Química Nova, v. 24, n. 6, p. 885–892, dez. 2001
- [2] SALVIA, N.; VALENCA, G.; ANJOS, W. SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE PENEIRAS MOLECULARES MESOPOROSAS. [s.l: s.n.
- [3] J. S. BECK, A New Family of Mesoporous Molecular Sieves Prepared with Liquid Crystal Templates, Journal of the American Chemical Society, volume 9. 1992.
- [4] ANTHONY Y. KIM, Hybrid Mesoporous Materials with Functionalized Monolayers, Advanced Materials volume 10, issue 2.1998.

#### Agradecimentos

À instituição Centro Universitário FEI pela disponibilização de reagentes químicos e disponibilidade dos equipamentos de análise.

<sup>1</sup> Aluno de IC CNPq. Projeto com vigência de 09/2023 a 08/2024.