

Síntese e caracterização de compósitos micro-mesoestruturados do tipo ZSM-5/MCM-41 e análise da influência do tempo de envelhecimento

Guilherme B. C. Martins* (PG)¹, Paulo A. Z. Suarez (PQ)¹, Patrícia M. Lima (PQ)¹, Jacqueline F. Silva (IC)¹
bandeira007@gmail.com

1. LMC - Instituto de Química – Universidade de Brasília, Brasília - DF.

Palavras Chave: Compósitos, ZSM-5/MCM-41

Introdução

Uma nova classe de catalisadores heterogêneos, os compósitos micro-mesoporosos, vêm sendo amplamente estudada já possuindo inúmeras rotas sintéticas propostas. O interesse nessa nova classe de catalisadores é devido à possibilidade de alterar as propriedades físicas e químicas dos mesmos para adequá-los a diversos tipos de reação.

O método de síntese dos compósitos empregados neste trabalho se baseia na distribuição de núcleos de cristalização de ZSM-5 em uma estrutura ordenada mesoporosa, típica de MCM-41, utilizando direcionadores orgânicos catiônicos, microestruturantes (TPAOH) e mesoestruturantes (CTABr) em duas etapas¹. A fórmula geral da reação utilizada é 1 SiO₂ : 0,015 NaAlO₂: 0,20 TPAOH: 0,26 CTABr: 38,14 H₂O. Os compósitos obtidos foram analisados por difração de raios-X (DRX), adsorção/dessorção de N₂ e espectrometria de energia dispersiva de raios-X (EDX).

Outros estudos² indicam que tanto a temperatura quanto o tempo de reação durante a etapa de envelhecimento, interferem na formação das sementes de ZSM-5, causando segregação de fases na etapa de mesoestruturação.

Resultados e Discussão

Duas reações foram realizadas por um método similar ao descrito na literatura¹, e tratadas até sua forma amoniacal. O tempo de envelhecimento utilizado foi de 18 horas (A1) e 21 horas (A2).

As análises de DRX para ambas evidenciou a formação da mesofase de MCM-41, que possui picos em 2,50, 4,25 e 4,75 (2θ), porém o excesso de picos em 4,00 a 5,00 (2θ) indica uma desorganização na mesofase; já a fase cristalina típica de ZSM-5 é claramente evidenciada. A amostra A2 apresentou uma razão menor entre a meso e a microfase, indicando maior formação da fase cristalina em razão do maior tempo de envelhecimento. A estrutura mesoporosa acentuada em A2 indica a não incorporação do Al na estrutura já que a área superficial das MCMs diminui com o aumento de Al na estrutura.

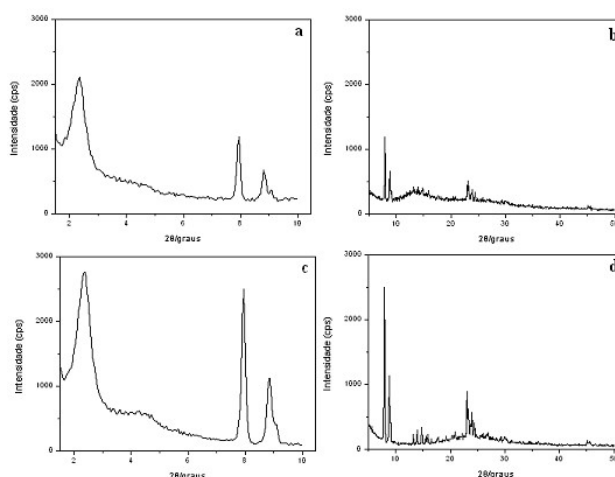


Figura 1. Difratogramas: a)A1 ângulos baixos; b)A1 ângulos altos; c)A2 ângulos baixos; d)A2 ângulos altos

Tabela 1. Valores da estrutura dos catalisadores

	Área superficial* (m ² /g)	Volume de micro-poros** (cm ³ /g)	Volume de meso-poros*** (cm ³ /g)	Diâmetro de micro-poros** (nm)	Diâmetro de meso-poros*** (nm)	Razão Si/Al (%)
A1	813,2	0,320	0,576	0,452	2,89	31,8
A2	892,9	0,349	0,616	0,452	2,89	39,8

*método BET; **método SF; ***método NLDFT

Conclusões

Os dados obtidos de acordo com a literatura sugerem a formação do compósito. É necessário mais análises, como por exemplo, IV, MET e MEV para detectar se há segregação de fases. O aumento do tempo de envelhecimento diminui a quantidade de Al na estrutura.

Agradecimentos

Agradecemos a CAPES pela bolsa concedida.

Liu, Y., Zhang, W., Pinnavaia T. J.; *Angew. Chem.Int. Ed.*, **2001**, 40,7, 1257-1258.

² Gonçalves, M. L.; *Dissertação de mestrado*, Universidade de São Carlos, Brasil, **2006**.