

## ESTUDO DA SÍNTESE DE NANOCATALISADORES

**Aluno: José Victor Torres de Azevedo**  
**Orientadora: Maria Isabel Pais da Silva**

### Introdução

A nanotecnologia está relacionada ao estudo de processos a nível atômico, molecular ou macromolecular na escala de comprimento entre 1-100 nm. Envolve a criação e utilização de estruturas, dispositivos e sistemas que possuem propriedades e funções inovadoras devido a seu tamanho. A indústria de óleo utiliza catalisadores em nanoescala para o refino de petróleo, enquanto que a indústria de automóvel economiza usando partículas de platina de tamanho nanométrico no lugar de partículas maiores nos conversores catalíticos. As nanopartículas têm sido amplamente utilizadas na catálise, uma vez que a alta área específica por unidade de volume dos catalisadores de tamanho nanométrico melhora o desempenho das reações nos reatores. A maior reatividade desses agentes menores reduz a quantidade de materiais catalíticos necessários para produzir os resultados desejados.

### Objetivos

O objetivo deste trabalho foi estudar a síntese de zeólitas do tipo ferrierita com tamanho de cristal na faixa nanométrica. Foi avaliada a influência do tempo de síntese na cristalização da zeólita, caracterizando-se as amostras obtidas por técnicas de adsorção física de nitrogênio, difração de raios-X e microscopia eletrônica de força atômica.

### Metodologia

- **Síntese de Ferrierita**

As amostras da zeólita ferrierita foram preparadas com composição molar  $1,85\text{Na}_2\text{O}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot x\text{SiO}_2\cdot 592\text{H}_2\text{O}\cdot 19,7\text{R}$ , onde R corresponde a etilenodiamina:

Foi utilizado o método padronizado pela IZA[1] variando a temperatura (180 °C) e o tempo de cristalização: 2, 3, 5 e 10 dias.

- **Caracterização**

#### Área específica e volume de poros

Para avaliar as propriedades texturais da zeólita foi utilizado o equipamento ASAP 2000 da Micromeritics. Foi realizado um pré-tratamento a 350°C tendo em vista eliminar eventuais impurezas adsorvidas. A área específica e o volume de poros foram determinados pelos métodos BET e pela construção de um gráfico-t, respectivamente.

**Tabela 1 Propriedades texturais das amostras de ferrierita sintetizadas**

Amostra	Tempo de síntese (dias)	Área específica (BET) ( $\text{m}^2\text{g}^{-1}$ )	Área de microporos ( $\text{m}^2\text{g}^{-1}$ )	Volume de microporos ( $\text{cm}^3\text{g}^{-1}$ )
FER1	2	3	1	-
FER2	3	190	171	0,080
FER3	5	224	207	0,096
FER4	10	336	297	0,138

Observa-se que a amostra FER1 apresentou a menor área específica ao contrário da FER4 que, por sua vez, mostrou a maior área específica. Portanto, é possível observar que, de acordo com a figura 2, um aumento de cristalinidade da FER1 para a FER4 acarreta uma elevação nos valores das propriedades texturais destes materiais (área BET, volume e área de microporos). Assim foram criados microporos que conduziram a um aumento da área específica do material sintetizado.

### Difração de raios-X

A difração de raios-X foi realizada em um difratômetro Miniflex da Rigaku com anodo de Cu. Com ângulo de varredura de 5 a 50°, com velocidade de 2° min<sup>-1</sup>, com voltagem de 30kV e corrente de 15mA.

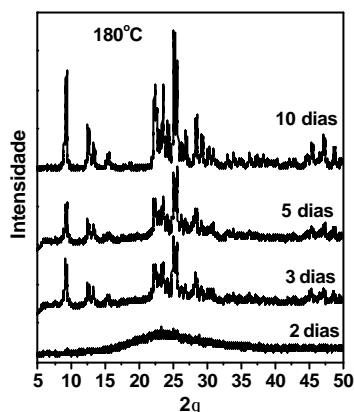


Figura 1 Difratograma de raios-X das amostras de ferrierita sintetizadas

Observando que a amostra FER1 (2 dias) não apresentou cristalinidade alguma, sendo que a amostra FER2 sintetizada em três dias apresentou picos definidos, mas com intensidade menor que a FER4 (10 dias). Pode-se afirmar que, para as condições de síntese utilizadas, o processo de cristalização se inicia após 48 horas de síntese. Como esperado, quanto maior o tempo de síntese, maior a intensidade dos picos no difratograma da zeólita ferrierita, acarretando um aumento evidente de cristalinidade.

### Conclusões

A cristalinidade das zeólita ferrierita variou proporcionalmente ao tempo de síntese. E suas propriedades texturais, de área e volume de poros, tiveram seus valores aumentados com a elevação da cristalinidade, alcançando valores típicos de uma zeólita ferrierita comercial.

Pode-se concluir também que, para as condições de síntese utilizadas, o processo de cristalização ocorreu após dois dias de síntese.

### Referências

- [1] - International Zeolite Association - [www.iza-online.org](http://www.iza-online.org)
- [2] - FLORES, J. O. H. **Catalisadores bifuncionais baseados em zeólita H-ferrierita para síntese direta de dimetil éter a partir de gás de síntese**. Rio de Janeiro, 2004. 191p. Dissertação de mestrado – Departamento de Química, Pontifícia Universidade Católica.
- [3] -