



Voltar

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE SÍLICA-SBA15

Rayssa Caroline Moreira Costa e Ivana Conte Cosentino
 Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN

INTRODUÇÃO

As principais variáveis envolvidas na caracterização de uma estrutura porosa são a área superficial específica, o volume e diâmetro de poros. Para se obter tais variáveis são usadas as técnicas de adsorção gasosa e porosimetria de mercúrio. Ambas se baseiam em determinar a quantidade de adsorvato (fase líquida ou gasosa) necessária para recobrir com uma monocamada a superfície de um adsorvente (fase sólida).^[1,2]

A porosimetria de mercúrio mede poros de aproximadamente 3 nm a 1 mm enquanto a adsorção gasosa mede de aproximadamente 0,3 nm a 300 nm. O ideal é que se faça a comparação entre as duas técnicas somente na faixa comum de medidas, de 0,3 nm a 300 nm.^[2]

Após o processo experimental é feito o tratamento dos dados obtidos com o auxílio das teorias de BET e BJH. A equação (equação 1) de BET foi desenvolvida com o objetivo de relacionar valores obtidos a partir das isotermas de adsorção com a

A equação do BET é usada para calcular a área de superfície específica e a teoria de BJH para determinar diâmetro, volume e distribuição de poros.^[2]

Foram adotadas curvas denominadas isotermas. A cada isoterma pode-se associar o tamanho e o formato dos poros. Ao todo são seis tipos de isotermas

(Figura 1).^[1]

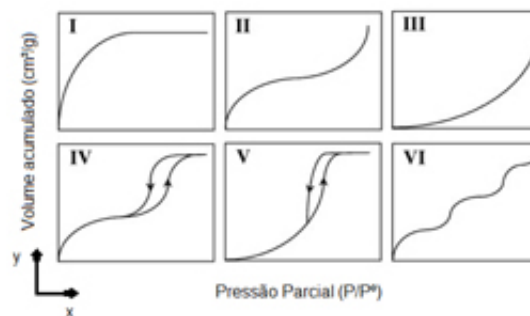


Figura 1. Isotermas do Tipo I ao tipo VI.^[1]

Pode-se classificar os poros de acordo com a Tabela 1.^[1]

TABELA 1. Classificação dos Tipos de

para as isotermas de adsorção com a área específica de um sólido. [2]

$$\frac{P}{V_a(P_o - P)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{C-1}{V_m C} \left(\frac{P}{P_o} \right) \quad (\text{Equação 1.})$$

A teoria de BJH adota que a cada decréscimo de pressão pode-se relacionar o volume do poro com o diâmetro e, com vários pontos, obtém-se um gráfico de volume de poro por diâmetro de poro, que caracteriza a distribuição de tamanhos de poro. [2]

obter área de superfície específica, volume e tamanho de poros.

METODOLOGIA

Para reprodução da síntese de Sílica-SB5 são utilizadas as metodologias descritas em Matos ET AL. (2001). [3]

Em seguida o composto é caracterizado através de análise de adsorção gasosa, feita no equipamento ASAP-2000 da Micromeritics e por porosimetria de mercúrio, feita no equipamento Autopore III da Micromeritics. No primeiro método a amostra é desgaseificada, depois contida a vácuo e aquecida. Posteriormente, é submetida a diferentes pressões parciais de N₂, para a obtenção da isoterma de adsorção gasosa. Na porosimetria de mercúrio o composto é colocado em um porta amostras de vidro hermético, após isso a amostra é colocada sob vácuo para eliminação de impurezas e então são submetidas a pressões crescentes, chegando até 414 MPa, dessa forma é obtida uma curva de volume de poros em função do diâmetro dos poros.

TABELA 1. Classificação dos tamanhos de Poro. [1]

Diâmetro (Å)	Classificação
Ø < 20	Microporo
20 < Ø < 500	Mesoporo
Ø > 500	Macroporo

OBJETIVO

Realizar a síntese e a caracterização física da Sílica-SBA15, por adsorção gasosa e por porosimetria de mercúrio, a fim de se

Relaciona o Volume de Poros com o Diâmetro dos Poros.

TABELA 2. Superfície Específica, Volume e Diâmetro de Poros.

	S (m ² /g)	V _{poros} (cm ³ /g)	Ø _{poros} (Å)
Sílica-SBA15	688	1,20	66

CONCLUSÕES

A área superficial específica se mostrou alta se comparada com a encontrada por Matos ET AL. (2001) e a isoterma obtida se assemelha a isoterma de tipo IV que é característica de um material que contém alto poder de adsorção e mesoporosidade, o que corrobora com a classificação de diâmetro de poros visto na Tabela 1. Concluímos que ambas as técnicas apresentadas neste trabalho se mostraram muito eficazes para a caracterização da amostra, de onde se podem obter todas as variáveis envolvidas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1]SING, K. S. W., REPORTING

RESULTADOS

Os resultados dispostos na Tabela 2 foram obtidos através dos dados extraídos dos gráficos das análises (Figuras 2).

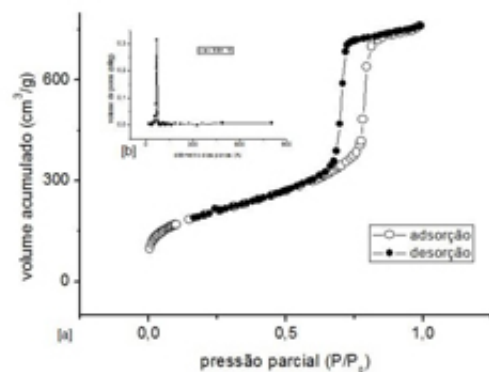


Figura 2. [a] Gráfico que Relaciona o Volume Acumulado com a Pressão Parcial; [b] Gráfico de

PHYSISORPTION DATA FOR GAS/SOLID SYSTEMS, INTERNATIONAL UNION OF PURE AND APPLIED CHEMISTRY, P, 2204 -2210, 1982.

[2]CONDON, J. B., SURFACE AREA AND POROSITY DETERMINATIONS BY PHYSISORPTION MEASUREMENTS AND THEORY, 1ªED., P. 22, 2006.

[3]MATOS, J. R.; MERCURI, L. P.; KRUK, M.; JARONIEC, M. TOWARD THE SYNTHESIS OF EXTRA-LARGE-PORE MCM-41 ANALOGUES, CHEM. MATER., VOL. 13, NO. 5, 2001.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico.

[Voltar](#)