

# SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DO CATALISADOR MESOPOROSO Mo/MCM-41 A SER UTILIZADO NA PRODUÇÃO DO BIODIESEL

Silva, A. A.; Silva, C. R.; Felix, C. R. O; Santos, A. G.; Carvalho, M. W. N. C.

## 1.0. INTRODUÇÃO

Um dos catalisadores heterogêneos que pode ser usado para a obtenção do biodiesel são os mesoporosos como o MCM (diâmetro de poro 25 Å, área superficial 800m<sup>2</sup>/g) com propriedades básicas ou ácidas sendo largamente estudados na literatura e empregados com sucesso em reações envolvendo moléculas de alto peso molecular. Esse tipo de catalisador heterogêneo apresenta-se como potencial candidata a esse tipo de processo. Vale dizer que cerca de 90% dos processos catalíticos na indústria química utilizam catalisadores heterogêneos por vantagens significativas: a) menor contaminação dos produtos; b) facilidade de separação do catalisador do meio reacional; c) possibilidade de reaproveitamento do catalisador; d) diminuição dos problemas de corrosão. Por outro lado, esses sistemas podem apresentar problemas de transferência de massa, sobretudo em reações envolvendo moléculas de alto peso molecular (CORMA, 1995).

Portanto estudo vem se intensificado para desenvolver catalisadores regeneráveis que possam ser usados na produção do biodiesel, dentre eles o MoMCM-41.

Este trabalho trata da síntese e caracterização do MoMCM-41 para posterior utilização na produção do biodiesel, onde os parâmetros da síntese e impregnação podem influenciar o desempenho da mesma na produção do biodiesel.

## 2.0. MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 – Síntese e Calcinação da MCM-41

A síntese foi realizada numa capela, onde foi dissolvida 924mL de NH<sub>4</sub>OH e 4g de CTABr em 198mL de água deionizada sob agitação de aproximadamente 450rpm. Quando a solução tornou-se homogênea, após 2 minutos adicionou-se vagarosamente 19,4mL de TEOS e agita até obter um pH em torno de 11,4, o que resultou num tempo de agitação de 2,5 horas.

Em seguida, o gel foi filtrado (filtração a vácuo) e lavado com água deionizada até que o odor de amônia tenha desaparecido, usando-se em torno de 2L em água deionizada. Em seguida o produto foi colocado em um almofariz onde foi seco à estufa a 100°C por 4 horas. Posteriormente o produto foi calcinado em mufla sob ar com uma taxa de aquecimento de 5° C/min até alcançar 550 °C e por mais 4 horas na temperatura de 550°C.

Os materiais utilizados na impregnação do MCM-41 com Óxido de Molibdênio (10 e 15% em peso) foram: MCM-41, HMA (Heptamolibdato de Amônia), HCl (Ácido Clorídrico a 37 %, Merck, p.a.) e água desmineralizada.

O método de impregnação foi com 3g de HMA foram submetidas à temperatura de 350°C por 4 horas a uma taxa de aquecimento de 5°C/min. O tempo de 4 horas foi suficiente para que a massa se mantivesse constante. Em seguida iniciou-se a impregnação do MoO<sub>3</sub> em MCM-41 através da metodologia de mistura física que consiste em misturar fisicamente MoO<sub>3</sub> e MCM-41 utilizando um almofariz.

### 2.2 - Difração de Raios-X

Os difratogramas de raios X (DRX) foram obtidos no Laboratório de Engenharia de Materiais da UFCG, utilizando-se um difratômetro Shimadzu modelo XRD 600, com fonte de radiação CuKα. A varredura foi realizada a baixo ângulo de 1 a 10° (2θ) com intervalos de 0,02° e tempo de aquisição de 2s.

### 2.3 - Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

A análise de microscopia eletrônica de transmissão (MET) foi realizada no Instituto de Química da UNESP em Araraquara/ SP em um microscópio eletrônico de transmissão Philips CM200, com filamento de tungstênio e resolução de 0,14nm a 200kV equipado com um detector de raios-X para análise de EDX.

## 3.0. RESULTADOS PRINCIPAIS

### 3.1 – Difração de Raios-X

Os DRX das amostras da MCM-41 sintetizada e calcinada, comprovam que os picos característicos são das peneiras moleculares MCM-41.

Com a calcinação a ordenação estrutural do material MCM-41 melhorou consideravelmente o que pode ser caracterizado pelo aumento da intensidade do pico que se deve à remoção completa de material orgânico presente no material. O deslocamento do pico em  $2\theta$  para 2,5 graus é associado à contração da estrutura do suporte.

### **3.2 - Difração de Raios-X das misturas MoO<sub>3</sub>/MCM-41**

Obteve-se a amostra MoO<sub>3</sub>/MCM-41 através da mistura física do MoO<sub>3</sub> com MCM-41 e posterior tratamento térmico.

Após a realização das misturas físicas de 10 e 15% em peso de MoO<sub>3</sub> em MCM-41 foram realizadas as difrações de raios-X de cada amostra após o tratamento térmico.

O tratamento térmico (550°C por 4 horas) conduz a eliminação da maioria dos grupos funcionais orgânicos e a condensação da superfície dos silanol, o que promove o aumento das pontes de siloxano, resultando na organização estrutural das paredes do suporte.

### **3.3 - Microscopias Eletrônicas de Transmissões (MET)**

As Micrografias Eletrônicas de Transmissões do suporte catalítico MCM - 41 sintetizado e calcinado comprovam a ordenação do material mesoporoso MCM-41 com repetidos planos cristalográficos.

Através das análises de Micrografia Eletrônica de Transmissão do catalisador MoMCM-41 com teores de 10% e 15% de molibdênio, pode-se observar que a cristalinidade (ordenação) do catalisador foi mantida, contradizendo com os resultados obtidos por DRX, os quais apresentaram redução na intensidade dos picos.

Através das análises de EDX na amostra da MCM-41 sintetizada, pode-se observar apenas a presença de Silício.

A impregnação do MoO<sub>3</sub> na MCM-41 com 10% e 15% foi comprovada através da análise de EDX.

## **4.0. CONCLUSÕES**

A fase da MCM-41 foi obtida após a síntese;

Os resultados das análises de DRX comprovam a manutenção de fase da MCM-41, após a calcinação;

Foi mantida a ordenação da MCM-41 após a calcinação e a mistura física com o MoO<sub>3</sub> comparado no MET;

A impregnação do MoO<sub>3</sub> foi bem sucedida.

## **AGRADECIMENTOS**

ANP, PRH-25, UFCG e aos demais órgãos financiadores.

## **REFERÊNCIAS**

1. CORMA, A.; Inorganic Solid Acids And their use in hydrocarbon reactions, Chem. Rev., 95, 559-624,1995.