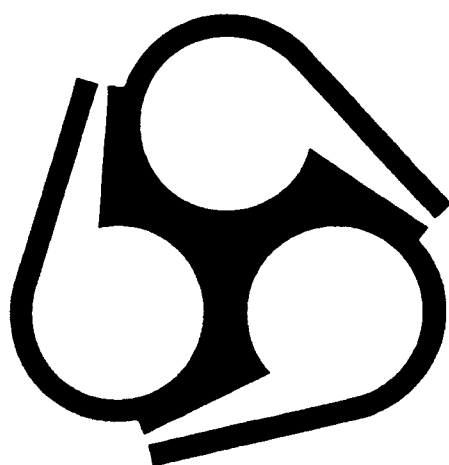


# **CONTROLO MOLECULAR DA REACTIVIDADE QUÍMICA**

**2ª Conferência de Química Inorgânica  
Sociedade Portuguesa de Química**



**LIVRO DE RESUMOS**

**Monte Real, 7 e 8 de Abril 1995**

## SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE SILICOALUMINOFOSFATOS DO TIPO SAPO-40

J.P. Lourenço<sup>(1)</sup>, J. Rocha<sup>(2)</sup>, M.F. Ribeiro<sup>(1)</sup>, F.R. Ribeiro<sup>(1)</sup>, Z. Gabelica<sup>(3)</sup>

(1) Instituto Superior Técnico, Dep. Engenharia Química, 1096 Lisboa Codex, Portugal

(2) Universidade de Aveiro, Departamento de Química, 3800 Aveiro, Portugal

(3) Facultés Universitaires N. D. de la Paix, Laboratoire de Catalyse, B-5000 Namur, Belgium

Os aluminofosfatos e silicoaluminofosfatos constituem duas das novas famílias de sólidos microporosos com estrutura tipo zeolítico.

Estes materiais que apresentam elevada estabilidade térmica e hidrotérmica, podem possuir propriedades ácidas importantes, que associadas à sua estrutura de poros, lhes conferem novas e interessantes potencialidades de utilização na domínio da catálise, adsorção e permuta iónica.

Os materiais do tipo silicoaluminofosfato permitem, dentro de determinados limites, a variação da acidez pelo controlo das condições de síntese ou por determinados pré-tratamentos [1,2]. O principal factor que afecta a força dos centros ácido é a distribuição do silício na rede cristalina. O silício pode estar presente homogeneamente distribuído ou formando ilhas de sílica [3].

O SAPO-40 (estrutura AFR) foi pela primeira vez referido numa patente registada em 1984, no entanto, apenas recentemente foi obtido na forma pura. Consequentemente, as suas propriedades não são ainda bem conhecidas, sendo nesse sentido o trabalho que tem vindo a ser realizado.

A síntese deste material tem sido realizada com o objectivo de obter produtos com diferente teor em silício (6 a 12 mol % Si). Estes são obtidos a partir da cristalização de um gel a 200°C em autoclaves de aço revestidas em teflon. A preparação deste gel inclui uma fonte de alumínio (pseudoboemite), uma fonte de fósforo (ácido ortofosfórico), uma fonte de silício (sílica aerosil 200) e um agente estruturante (hidróxido de tetrapropilamónio). Todas as amostras sintetizadas foram analisadas por difracção de raios-X de pós, microscopia electrónica de varrimento e RMN de sólidos de <sup>29</sup>Si, <sup>27</sup>Al e <sup>31</sup>P. Estas análises permitem a identificação do tipo da estrutura, presença de fase amorfa e observação da distribuição dos átomos na rede cristalina.

Os resultados de RMN de <sup>29</sup>Si sugerem um aumento da formação de ilhas de sílica com o aumento do teor em silício (sinais entre -102 e -120 ppm na figura 1), o que poderá estar na origem das diferenças de actividade observadas em reacções modelo em que estes materiais foram testados, nomeadamente o cracking do n-heptano e isomerização do m-xileno. A ordem de actividades observadas em ambas as reacções (aumento de actividade com o teor de silício), reflecte as diferenças de acidez das várias amostras, associadas aos respectivos teores em silício.

Após a remoção dos agentes estruturantes, alguns dos silicoaluminofosfatos conhecidos, apresentam problemas de estabilidade em presença de água. Com o objectivo de estudar a estabilidade térmica e hidrotérmica deste novo material recorreu-se à difracção de raios-X de pós e RMN de sólidos [4].

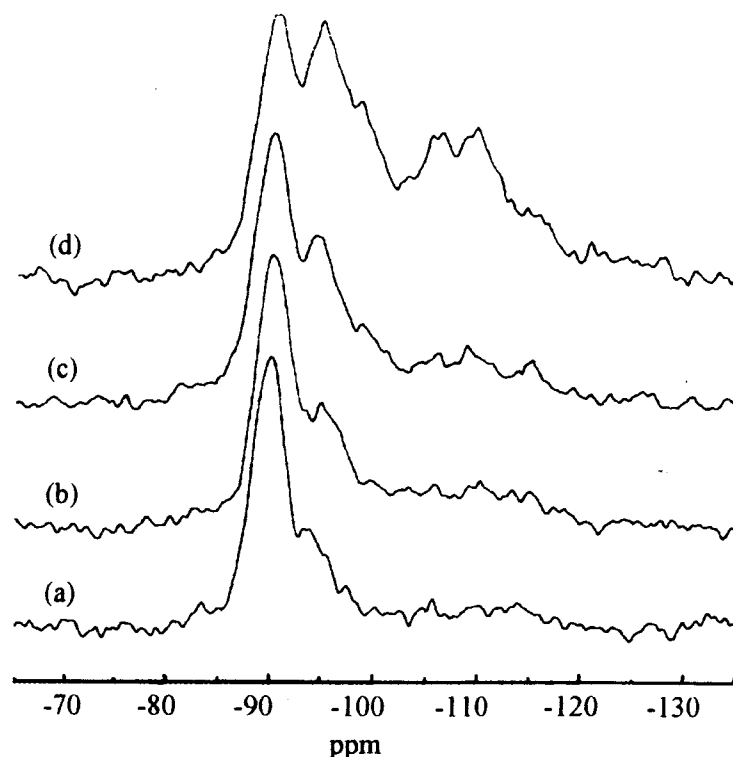


Figura 1 - Espectros de MAS RMN de  $^{29}\text{Si}$  NMR : (a) S-40 (0.06); (b) S-40 (0.07); (c) S-40 (0.08); (d) S-40 (0.12)

O SAPO-40 foi submetido a vários tratamentos térmicos na presença e ausência de água, tendo-se verificado que apresenta uma boa estabilidade a temperaturas elevadas. Quando o produto calcinado é colocado em presença de água a baixa temperatura, observa-se uma modificação reversível nos ambientes de alumínio e fósforo, mas em relação ao silício as modificações não são totalmente reversíveis.

### Agradecimentos

Este trabalho foi realizado no âmbito do projecto STRDA /C/CTM/602/92 subsidiado pela JNICT. Agradecemos igualmente as facilidades concedidas pela Dr<sup>a</sup> Teresa Leal para utilização do aparelho de Difracção de Raios X de pós, adquirido no âmbito do projecto Ciência 12/M/90, bem como ao IMAT/Aveiro pela utilização do aparelho de RMN de sólidos.

### Referências

- 1 J.P. Lourenço, M.F. Ribeiro, F.R. Ribeiro, J. Rocha, Z. Gabelica, N. Dumont and E.G. Derouane in J. Weitkamp, H.G. Karge, H. Pfeifer and W. Hölderich (Eds), *Zeolites and Related Microporous Materials: State of the Art 1994*, *Stud. Surf. Sci. Catal.*, vol. 84, Elsevier, Amsterdam, 1994, p.867
2. M. Briend, M. Derewinski, A. Lamy and D. Barthomeuf in L. Guzzi, F. Solymosi and P. Tétényi (Eds), *New Frontiers in Catalysis, Studies in Surface Science and Catalysis*, vol 75 A, Elsevier, Amsterdam, 1993, p. 409.
3. J.A. Martens, and P.A. Jacobs in J.C. Jansen, M. Stöker, H.G. Karge and J. Weitkamp (Eds), *Advanced Zeolite Science and Applications*, *Stud. Surf. Sci. Catal.*, vol 85, Elsevier, Amsterdam, 1994, p. 653.
4. J.P. Lourenço, M.F. Ribeiro, F.R. Ribeiro, J. Rocha, Z. Gabelica and E. G. Derouane, submetido a *Microporous Materials*, 1995