



SAINT CLAIR DUARTE COELHO – 201710551

**REMOÇÃO DE SURFACTANTES EM SÍLICAS MESOPOROSAS :  
EXPLORANDO ALTERNATIVAS SUSTENTÁVEIS**

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Jéssica de Oliveira Notório Ribeiro

LAVRAS-MG

2023

SAINT CLAIR DUARTE COELHO – 201710551

**REMOÇÃO DE SURFACTANTES EM SÍLICAS MESOPOROSAS :  
EXPLORANDO ALTERNATIVAS SUSTENTÁVEIS**

Trabalho apresentado à disciplina de Trabalho de  
Conclusão de Curso (GNE378), do curso de Engenharia de  
Materiais da Universidade

Orientador (a): Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Jéssica de Oliveira Notório Ribeiro  
Professora da disciplina: Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup> Tatiane Michele Popiolski

LAVRAS

2023

## RESUMO

A sílica mesoporosa apresenta um vasto potencial de aplicações em diversas áreas, desde a medicina até aplicações industriais. Contudo, sua utilização no mercado é limitada devido à dificuldade de remoção dos surfactantes. Este trabalho teve como objetivo explorar, por meio da literatura e experimentação, métodos alternativos à técnica de calcinação para remover surfactantes orgânicos do interior das sílicas mesoporosas. O foco foi encontrar opções mais ecologicamente limpas e menos poluentes. Os métodos analisados incluíram o tratamento térmico convencional, conhecido como calcinação, processos por via química e física, assistido por micro-ondas, a abordagem química por refluxo e o uso da ponteira de ultrassom. A sílica mesoporosa foi sintetizada no laboratório e, a partir dela, foram testados diferentes métodos para a remoção do surfactante, além da análise para verificar a presença ou ausência do copolímero P123. O P123 é um surfactante usado na produção de materiais mesoporosos, como a sílica mesoporosa o qual auxilia a controlar a estrutura porosa dos materiais durante a síntese. As amostras foram submetidas aos métodos mencionados e posteriormente pesadas, revelando uma perda de massa significativa, superior às expectativas baseadas na literatura. O processo de filtração foi rápido em todas as técnicas, exceto naquela assistida pela ponteira de ultrassom, que resultou na geração de grãos bastante finos. As amostras foram então submetidas à caracterização por Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) para analisar as ligações químicas presentes. Inicialmente, a amostra de sílica sem qualquer processamento foi analisada para identificar os grupos funcionais presentes. Em seguida, foram analisados os espectros das amostras submetidas aos métodos alternativos. Apesar da considerável perda de massa, as bandas referentes ao surfactante e ao P123 ainda estavam presentes, exceto na amostra tratada por calcinação, onde foram eliminadas. Embora dos métodos não terem alcançado os resultados esperados, a técnica assistida pela ponteira de ultrassom se destacou como a mais eficiente. Isso se deve ao melhor controle dos parâmetros e à obtenção de partículas aparentemente mais homogêneas e finas. Para mensurar a quantidade de surfactante no interior da sílica a técnica de termogravimetria seria a mais aconselhável.

**PALAVRAS-CHAVE: ULTRASSOM, P123, ECOLOGICAMENTE, SURFACTANTE e VIA-QUÍMICA.**

## ABSTRACT

Mesoporous silica is a material with great potential applications in numerous areas, such as medicine to industrial applications, however this material is not widely applied due to the lack of viable ways to eliminate the organic surfactants used in the synthesis of mesoporous silica. The objective of this work was to explore, through literature and experimentation, alternative methods to the calcination technique to remove organic surfactants from the interior of mesoporous silicas. The focus was on finding more ecologically clean and less polluting options. The methods analyzed included conventional heat treatment, known as calcination, chemical and physical processes, assisted by microwaves, the chemical approach by reflux and the use of the ultrasound tip. Mesoporous silica was synthesized in the laboratory and, based on it, different methods were tested to remove the surfactant, in addition to analysis to verify the presence or absence of the P123 copolymer. The samples were submitted to the methods mentioned above and then weighed, revealing a significant loss of mass, higher than the expectations based on the literature. The filtration process was fast in all techniques, except for the one assisted by the ultrasound tip, which resulted in the generation of very fine grains. The samples were then subjected to characterization by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) to analyze the chemical bonds present. Initially, the silica sample without any processing was analyzed to identify the functional groups present. Then, the spectra of the samples submitted to the alternative methods were analyzed. Despite the considerable mass loss, the surfactant and P123 bands were still present, except in the calcination-treated sample, where they were eliminated. To measure the amount of surfactant inside the silica, the thermogravimetry technique would be the most advisable, but there was no equipment available.

**KEYWORDS: ALTERACTIVE METHODS, PATH CHEMISTRY, PHYSICS, FTIR, P123.**

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Estrutura cristalina e amorfa da sílica .....	5
Figura 2: Esquema das sílicas mesoporosas no setor farmacêutico.....	7
Figura 3: Esquema do tratamento assistido por microondas .....	10
Figura 4: Esquema da técnica de extração via solvente.....	12
Figura 5: Síntese da sílica mesoporosa .....	17
Figura 6: Sílica após a síntese.....	18
Figura 7: Sílica sintetizada.....	18
Figura 8: (a) Amostra pesada. (b) A amostra sendo inserido no forno.....	19
Figura 9: Tratamento assistido por microondas.....	19
Figura 10: Material obtido após o tratamento assistido por microondas.....	20
Figura 11: Processo de via química por refluxo .....	21
Figura 12: Material obtido pela via química por refluxo.....	21
Figura 13: Solução antes da sonicação .....	22
Figura 14: Solução após sonicação .....	23
Figura 15: Material obtido por meio da ponteira de ultrassom .....	24
Figura 16:Espectro FTIR FAP 01- B6 Ausente de tratamento.....	26
Figura 17: Espectro FTIR FAP 01- B6 TT .....	27
Figura 18: Espectro FTIR FAP 01- B6 MC.....	27
Figura 19: Espectro FTIR FAP 01- B6 RF .....	28
Figura 20: Espectro FTIR FAP 01- B6 US.....	28

## **LISTA DE TABELAS**

Tabela 1: Reagentes utilizados na síntese FAP01-B6 .....	14
Tabela 2: Referência da proporção de reagentes para via solvente .....	15
Tabela 3: Comparação da retração de massa. ....	23

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO .....	1
2. QUALIFICAÇÃO DO PROBLEMA .....	3
3. OBJETIVOS E METAS A SEREM ALCANÇAS .....	4
4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	5
4.1. SÍLICA .....	5
4.2. MÉTODOS FÍSICOS PARA REMOÇÃO DE SURFACTANTE	9
4.2.1. MÉTODO DE CALCINAÇÃO .....	9
4.2.2. TRATAMENTO ASSISTIDO POR MICRO-ONDAS.....	9
4.2.3. TRATAMENTO ASSISTIDO POR ULTRASSOM.....	10
4.3. MÉTODOS DE EXTRAÇÃO POR VIA QUÍMICA.....	11
4.3.1. MÉTODO POR VIA SOLVENTE .....	11
5. MATERIAL E MÉTODO .....	14
6. RESULTADO E DISCUSSÃO.....	17
7. CONCLUSÃO.....	31
8. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....	32
9. REFERÊNCIA: .....	33

## 1. INTRODUÇÃO

Sabe-se que as sílicas mesoporosas constituem um grupo especial de materiais porosos que desempenham um papel fundamental em diversas aplicações científicas e industriais. Elas se destacam por apresentar uma estrutura de poros altamente organizada e uniforme, com poros de tamanho na faixa mesoporosa, geralmente com diâmetros entre 2 e 50 nm (PRADO; FARIA; PADILHA, 2005). Esses materiais são conhecidos por suas propriedades nanômetros únicos e são amplamente estudados e utilizados em diversas aplicações científicas e industriais devido à sua estrutura porosa altamente controlada e suas características vantajosas

A síntese das sílicas mesoporosas envolve a utilização de surfactantes orgânicos que atuam como moldes ou direcionadores da formação dos poros. A escolha do tipo de surfactante, bem como outras variáveis de síntese, influencia diretamente as características da estrutura porosa (XIAO et al., 2021).

A notável regularidade e controle sobre o tamanho dos poros nas sílicas mesoporosas as tornam ideais para uma ampla gama de aplicações, que vão desde a catálise até a liberação controlada de fármacos. No entanto, é importante ressaltar que a síntese desses materiais exige a utilização de surfactantes orgânicos para direcionar a formação dos poros.

Esses materiais são amplamente reconhecidos por suas aplicações em catálise, adsorção, liberação controlada de fármacos e em uma variedade de campos científicos e industriais, graças à sua estrutura porosa altamente organizada e às possibilidades de ajuste de suas propriedades para atender a requisitos específicos de aplicação.

As sílicas mesoporosas representam um exemplo notável de como a nanotecnologia e a engenharia de materiais podem proporcionar soluções avançadas em uma variedade de setores, com potencial para melhorar a eficiência de processos e produtos em todo o espectro industrial.

A presença residual de surfactantes nas sílicas mesoporosas pode ter implicações significativas em suas aplicações, como a redução da eficácia da catálise ou impactos negativos na liberação de substâncias ativas. Normalmente, o método mais comum para a remoção desses surfactantes é a queima, que deixa apenas a sílica inorgânica. No entanto, os processos de queima podem causar impactos adversos no meio ambiente, especialmente quando utilizados em larga escala.

O processo de remoção do surfactante por queima faz-se por meio do aquecimento em altas temperaturas, sendo normalmente acima de 500°C, mas podem ser também superiores a 600°C. Durante esse aquecimento, os surfactantes orgânicos são decompostos e volatilizados, restando apenas a estrutura de sílica inorgânica.

Apesar de ser um método simples, ele acarreta diversos impactos ambientais, pois há um grande consumo energético de fontes não renováveis, assim aumentando a pegada de carbono, emissão de gases poluentes, tais como dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>), dióxido de enxofre (SO<sub>2</sub>) e óxidos de nitrogênio (NO<sub>x</sub>).

Diante desse contexto, a pesquisa concentra-se na busca por métodos eficazes de eliminar os surfactantes residuais, garantindo a pureza e eficácia das sílicas mesoporosas em diversas aplicações. Tem sido estudado métodos mais verdes para fazer esta remoção, tal como extração por solvente ou processos de remoção de surfactantes a base de etanol que prometem minimizar os impactos, reduzir o consumo de energia e emissão de agentes poluentes (DE ÁVILA; SILVA; MATOS, 2016b).

## **2. QUALIFICAÇÃO DO PROBLEMA**

A persistente presença de surfactantes nas sílicas mesoporosas representa um desafio significativo, com potenciais implicações adversas em suas aplicações. Isso inclui a possível redução da eficácia da catálise e efeitos negativos na liberação de substâncias ativas. Historicamente, a eliminação desses surfactantes foi realizada por meio de processos de queima, resultando na preservação da sílica inorgânica. No entanto, essa abordagem de queima acarreta consequências ambientais adversas, especialmente quando aplicada em larga escala.

Portanto, o cerne desta pesquisa reside na busca por métodos eficazes de remoção de surfactantes, com o objetivo de garantir a pureza e a eficácia das sílicas mesoporosas em diversas aplicações. Além disso, é crucial considerar não apenas a qualidade dos materiais, mas também a importância de mitigar os impactos ambientais associados aos métodos tradicionais de eliminação de surfactantes.

### **3. OBJETIVOS E METAS A SEREM ALCANÇAS**

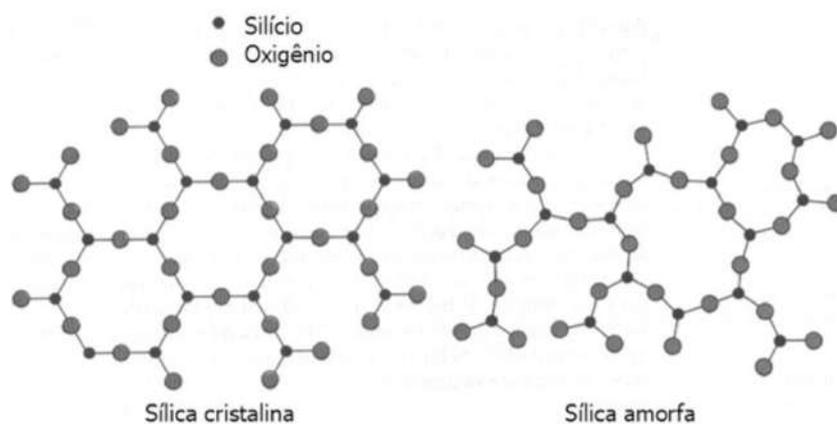
Este projeto de pesquisa tem como objetivo a investigação e desenvolvimento de metodologias alternativas à queima para a remoção eficaz de surfactantes orgânicos das sílicas mesoporosas, para que as sílicas mesoporosas possam ser amplamente empregadas. O foco primordial deste estudo reside na minimização dos impactos ambientais inerentes aos processos tradicionais de eliminação de surfactantes, além disso analisar se houve ou não a eliminação do P123.

## 4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 4.1. SÍLICA

A sílica, também conhecida como dióxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ), é um composto químico amplamente disseminado na natureza e um dos materiais mais abundantes na crosta terrestre. Ela se apresenta em diversas formas, incluindo a sílica amorfa, sílica cristalina (como quartzo e cristobalita) e sílica coloidal (HUSADA, 2019). A Figura 1 mostra as diferentes estruturas da sílica.

Figura 1: Estrutura cristalina e amorfa da sílica



Fonte: (SANTOS et al., 2018)

A sílica amorfa é empregada em uma ampla variedade de setores, incluindo a fabricação de vidros, silicões, materiais isolantes térmicos e muito mais. Sua alta demanda decorre, em parte, de sua notável resistência, resultante da presença de grupos silanóis em sua superfície (PRADO; FARIA; PADILHA, 2005).

Além disso, a sílica é caracterizada por ligações químicas predominantemente covalentes, nas quais cada átomo de silício forma ligações simples com quatro átomos de oxigênio. Isso origina uma configuração tetraédrica, conectada por meio de pontes de siloxanos ( $\text{Si-O-Si}$ ) distribuídas de maneira aleatória na superfície do material. No interior da estrutura, grupos silanóis vicinais ( $\text{Si-OH}$ ) podem ser encontrados, enquanto na superfície identificam-se grupos geminais ( $\text{OH-Si-OH}$ ). Essa estrutura altamente organizada desempenha um papel fundamental nas propriedades e aplicações da sílica (AIROLDI, CLAUDIO; FARIAS, 2000).

Assim, a sílica, com sua estrutura química e propriedades físicas únicas, é um material de grande importância em várias indústrias e áreas de pesquisa, desempenhando um papel essencial em diversas aplicações tecnológicas, no entanto a sílica mesoporosa não é amplamente empregada.

As sílicas mesoporosas são um tipo específico de sílica distinguidas por sua estrutura porosa altamente organizada e poros de tamanho uniforme na faixa dos mesoporos (entre 2 e 50 nanômetros de diâmetro). Esses materiais são produzidos através de técnicas de síntese que envolvem a utilização de surfactantes orgânicos, que atuam como moldes ou direcionadores da formação dos poros (TANEV; PINNAVAIA, 1996).

A síntese das sílicas mesoporosas é altamente controlada, permitindo ajustar as características da estrutura porosa, como o tipo de mesoestrutura, diâmetro e volume dos poros, bem como a espessura das paredes dos poros. Essa flexibilidade na síntese torna as sílicas mesoporosas altamente versáteis e valiosas em diversas aplicações científicas e industriais.

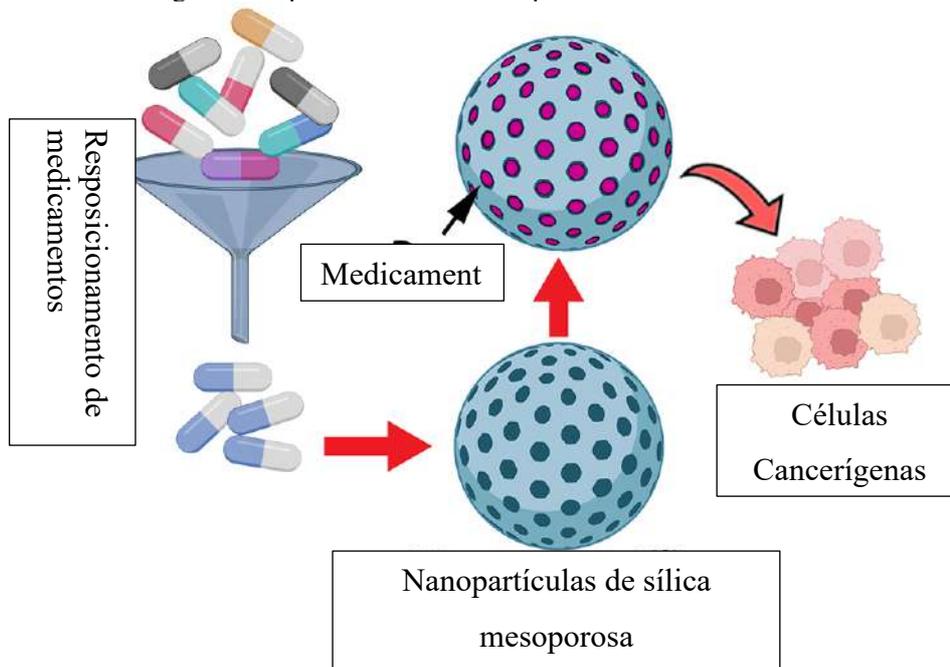
As sílicas mesoporosas possuem aplicações em diversos campos as quais poderiam ser aplicadas em diversas áreas tecnológicas e científicas, tais como:

1. Aplicações ligadas a catálise:

Devido à sua grande área superficial e estrutura porosa altamente controlada, elas podem ser empregadas como suportes para catalisadores em uma variedade de reações químicas. Isso resulta em uma melhoria significativa na eficiência de processos catalíticos, tornando-os mais eficazes e econômicos.(SCIORTINO et al., 2021)

Além disso, a liberação controlada de fármacos, as sílicas mesoporosas desempenham um papel crucial na liberação controlada de medicamentos, em razão da estrutura porosa permite que os medicamentos sejam liberados de forma gradual e controlada, o que é fundamental para otimizar a eficácia terapêutica e reduzir os efeitos colaterais, tal como é mostrado Figura 2.

Figura 2: Esquema das sílicas mesoporosas no setor farmacêutico



Fonte : (KOOHI MOFTAKHARI ESFAHANI et al., 2022) adaptado

2. A adsorção também pode ser melhorada:

Elas são eficazes na remoção de poluentes e contaminantes da água e do ar, dessa forma as torna bastante interessantes em aplicações de purificação de água e tratamento de efluentes industriais.

Materiais para sensores é promissora, quando funcionalizadas com grupos específicos, as sílicas mesoporosas podem ser utilizadas como sensores altamente sensíveis para detectar substâncias específicas, isso se deve ao fato da alta área superficial proporciona uma plataforma ideal para a interação com as moléculas-alvo, tornando-as úteis em diversas aplicações de sensoriamento(VIEIRA BELA ORIENTADORA; ISABEL PAIS, [s.d.]).

3. No ramo das nanotecnologias:

Sendo empregadas na criação de materiais avançados, como nanocompósitos e nanodispositivos, onde a estrutura porosa controlada é essencial para a fabricação de materiais nanoestruturados com propriedades únicas.

No entanto, um desafio significativo associado às sílicas mesoporosas é a presença residual de surfactantes orgânicos após o processo de síntese. Esses surfactantes podem impactar negativamente as propriedades e aplicações das sílicas mesoporosas. Portanto, a pesquisa atual está focada em encontrar métodos eficazes e ecologicamente corretos

para eliminar esses surfactantes, garantindo a pureza e a eficácia desses materiais em diversas aplicações. Além disso, os cientistas estão explorando continuamente novos avanços para expandir as possíveis aplicações das sílicas mesoporosas e otimizar suas propriedades para atender às necessidades específicas de diferentes campos científicos e industriais.

Para formar as sílicas mesoporosas, é essencial utilizar o polioxietileno-bloco-polipropileno-bloco-polioxietileno (P123). O P123 é um surfactante da classe dos copolímeros bloco tribloco, amplamente empregado como agente estruturante na síntese de materiais mesoporosos, incluindo a sílica mesoporosa. Durante a fabricação desses materiais, o P123 desempenha um papel vital na criação da estrutura porosa. Ele se organiza em micelas na presença de solventes orgânicos e água, funcionando como um molde para a formação dos poros na sílica mesoporosa.

Essas micelas originadas pelo P123 são cruciais para determinar o tamanho, distribuição e uniformidade dos poros, permitindo a formação de uma rede porosa regular e controlada dentro da sílica. No entanto, após a síntese do material, é imprescindível remover o P123 para garantir as propriedades desejadas da sílica mesoporosa final. Essa etapa é essencial para evitar interferências nos processos posteriores ou nas aplicações planejadas para o material. Em suma, o P123 desempenha um papel fundamental na criação da estrutura porosa da sílica mesoporosa, mas sua remoção é crucial para o desempenho adequado do material em aplicações específicas.

## **4.2. MÉTODOS FÍSICOS PARA REMOCAÇÃO DE SURFACTANTE**

### **4.2.1. MÉTODO DE CALCINAÇÃO**

A calcinação térmica é uma técnica amplamente empregada em laboratórios para a remoção de modelos devido à sua eficácia, simplicidade operacional e baixa necessidade de equipamentos especializados (GHAEDI; ZHAO, 2022).

A calcinação é um procedimento termal amplamente empregado na síntese de materiais, incluindo a sílica mesoporosa, visando a remoção de impurezas e a melhoria de suas propriedades físicas e químicas (SOUZA MENDES, 2012). Esse processo desempenha um papel crucial na remoção do surfactante orgânico, utilizado como molde para criar os poros mesoporosos na sílica.

O processo é composto por algumas etapas:

- a. Solução de surfactante e ácido;
- b. Adição de precursores de sílica;
- c. Formação da sílica mesoporosa
- d. Amostras levadas a calcinação a 550°C, com 1°C/s.

Contudo, é importante destacar que a calcinação pode levar a uma redução significativa nos grupos silanóis, tornando as amostras inadequadas para modificações subsequentes. Além disso, quando os materiais de sílica mesoporosa são modificados por co-condensação com grupos funcionais, a calcinação não apenas remove o molde, mas também afeta os grupos funcionais, liberando dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) e gases prejudiciais. Isso acarreta implicações negativas tanto do ponto de vista econômico quanto ambiental.

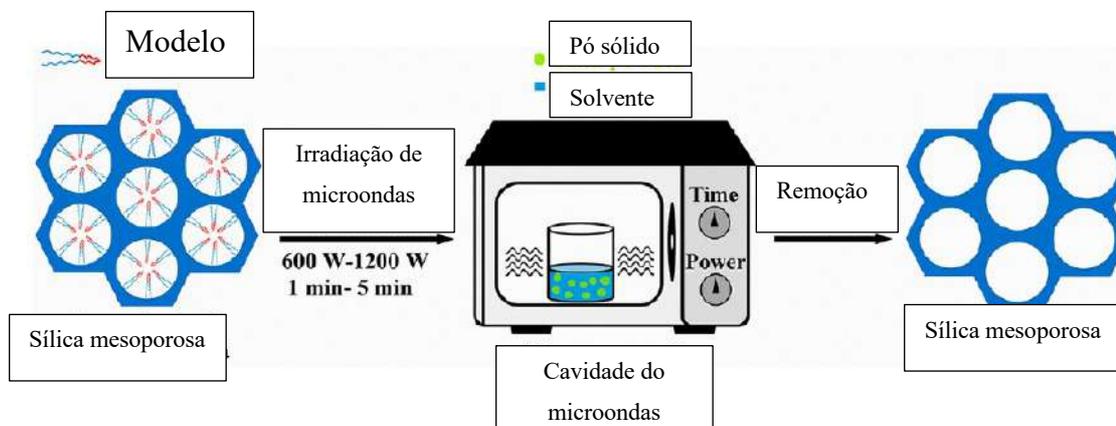
Portanto, a demanda por alternativas à calcinação está em ascensão, visando minimizar esses impactos. Pesquisas estão direcionadas para encontrar métodos que preservem os grupos funcionais e reduzam a liberação de gases nocivos, a fim de garantir a eficácia dos materiais de sílica mesoporosa sem comprometer o meio ambiente ou a viabilidade econômica.

### **4.2.2. TRATAMENTO ASSISTIDO POR MICRO-ONDAS**

O método de tratamento assistido por micro-ondas para remover o molde orgânico utilizado na síntese de materiais mesoporosos, como a Santa Barbara Amorphous-15 (SBA-15) e a Mobile Composition of Matter No. 41 (MCM-41). Esse processo pode ser realizado a mistura da amostra com ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) e peróxido de hidrogênio (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) e expondo-a à radiação de micro-ondas. Esta técnica permite a remoção rápida e eficiente

do molde orgânico, preservando mais grupos silanol na superfície dos poros em comparação com a calcinação, conforme observado em análises de espectroscopia de infravermelho.

Figura 3: Esquema do tratamento assistido por microondas



Fonte : (GHAEDI; ZHAO, 2022) adaptado

Existem métodos variados para remover o surfactante: tratamento com  $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$ , mistura com solventes de extração (etanol/hexano) e uma combinação de tratamento com  $\text{H}_2\text{O}_2$  e micro-ondas, catalisado por  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  ou  $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ . Foi observado que o tratamento assistido por micro-ondas reduziu significativamente o encolhimento da estrutura dos materiais mesoporosos em comparação com a calcinação (GHAEDI; ZHAO, 2022).

A principal vantagem desta metodologia está associada a alta eficiência na remoção do modelo, remoção rápida do modelo, menor consumo de energia e menor encolhimento da estrutura.

No entanto, apesar de suas vantagens, o tratamento assistido por micro-ondas apresenta algumas desvantagens, como a dificuldade de controlar as condições do processo para certos materiais, a emissão de  $\text{CO}_2$  e gases tóxicos decorrentes da decomposição do surfactante, o uso de solventes e a impossibilidade de recuperar ou reutilizar o surfactante.

Assim, embora seja eficiente na remoção do molde orgânico, preserve melhor os grupos funcionais e consuma menos energia do que a calcinação, o tratamento assistido por micro-ondas ainda enfrenta desafios em relação ao controle do processo e impactos ambientais associados à liberação de gases tóxicos.

#### 4.2.3. TRATAMENTO ASSISTIDO POR ULTRASSOM

Outro método o qual poderia ser empregado para eliminação dos surfactantes seria assistido por um ultrassom de ponteira. Esta técnica ultrassônica é um processo bem

definido baseado nos princípios da sono-química, no qual as moléculas passam por uma reação química devido à aplicação de radiação ultrassônica poderosa, entre 20 kHz a 10 MHz .(PIREZ; WILSON; LEE, 2014)

Vale a pena ressaltar que não há uma reação química direta durante a interação direta da radiação ultrassônica com as moléculas. No entanto, quando a radiação ultrassônica interage com um líquido, um padrão alternado de pressões é desenvolvido. A cavitação acústica (processo de formação, crescimento e colapso de bolhas sob pressão alternada) ocorre devido à interação da radiação ultrassônica com os líquidos, liberando a energia ultrassônica acumulada nas bolhas, produzindo energia com temperatura local muito elevada (ZANJANCHI; JABARIYAN, 2014).

Esse método apresentado possuía alta eficiência na remoção, preservação de alta concentração de silanol, menos encolhimento da estrutura e possível recuperação ou reutilização do modelo

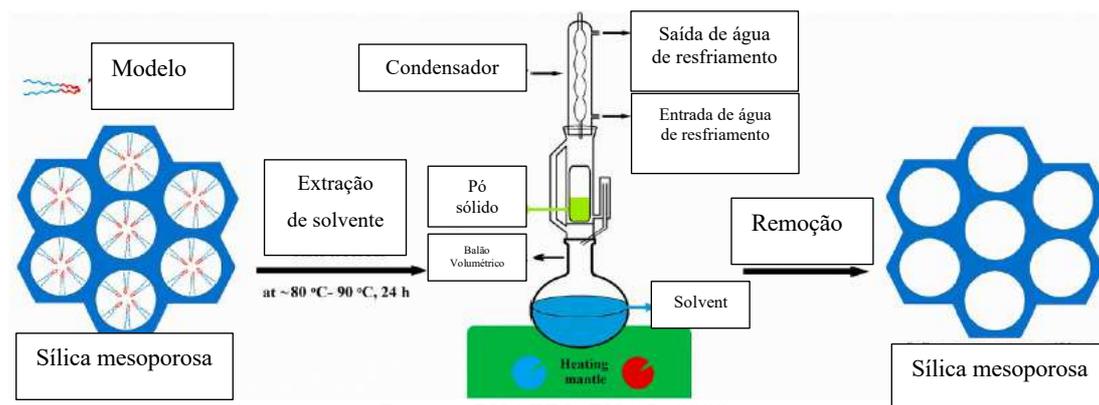
Todavia, se apresenta ineficaz para remover completamente o modelo em baixa temperatura em alguns casos e requer solventes orgânicos

### **4.3. MÉTODOS DE EXTRAÇÃO POR VIA QUÍMICA**

#### **4.3.1. MÉTODO POR VIA SOLVENTE**

Sabe-se que existem diversas metodologias para eliminar os surfactantes da sílica mesoporosa, sendo uma delas a eliminação de surfactantes por via solvente a qual é altamente eficaz e amplamente utilizado na purificação de materiais porosos. Este é caracterizado por representar uma abordagem mais sustentável em comparação com a tradicional queima a altas temperaturas, já que é reduzida expressivamente os impactos ambientais associados à remoção de surfactantes. A Figura 4 mostra de maneira esquemática a preparação a técnica de remoção por via solvente, nesta técnica é usada o refluxo para manter a temperatura do sistema controlada.

Figura 4: Esquema da técnica de extração via solvente



Neste caso, os solventes adequados são empregados para dissolver e remover seletivamente os surfactantes orgânicos retidos nas estruturas porosas do material, preservando assim a integridade da estrutura mesoporosa. Vale a pena ressaltar que ela oferece inúmeras vantagens, incluindo uma pegada de carbono reduzida, menor consumo de energia e emissões de poluentes minimizadas em comparação com a queima.

O uso de uma estratégia de automontagem sem interações eletrostáticas fortes entre as espécies inorgânicas e os surfactantes permite a remoção não destrutiva do surfactante por meio de uma simples extração por solvente (MARGOLESE et al., 2000).

A extração de modelos usando solventes é um método comum para remoção de modelos, que utiliza diferentes solventes como água, acetonitrila, diclorometano, etanol, acetona e metanol para eliminar o modelo dos poros do SBA-15 (DE ÁVILA; SILVA; MATOS, 2016a). Os resultados indicaram que a água teve o menor efeito na extração do modelo, permanecendo cerca de 45,9% do modelo P123, quase o mesmo que o não-extraído. Entre os solventes estudados, o metanol apresentou a maior eficiência na remoção do modelo. Após a extração com metanol, o SBA-15 continha cerca de 10,3% de P123, em acordo com os resultados da análise de elementos, que indicaram cerca de 4,8% de carbono. Foram observados valores de área específica (SBET), volume total de poros (VT) e diâmetro do poro de  $703 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ ,  $0,995 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$  e  $15,2 \text{ nm}$ , respectivamente, para o SBA-15 extraído com metanol.

O tempo de extração também foi investigado, demonstrando que aproximadamente 6 horas de extração com metanol são suficientes para remover o modelo, enquanto outros solventes demandam até 48 horas para concluir a extração. Estudos anteriores demonstraram que o metanol apresenta melhor desempenho na remoção de modelos entre solventes polares e não polares.

Além disso, foram utilizados ácido clorídrico e etanol para extrair o P123 e Cloreto de Brometo de Hexadeciltrimetilamônio (CTABr) do SBA-15 e MCM-48,(GUNATHILAKE; JARONIEC, 2014; JI et al., 2008; TSONCHEVA et al., 2007) respectivamente. Ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) foi empregado para extrair o Polioxietileno-polioxipropileno (F-127) e P123 de compostos polímero-sílica mesoestruturados e SBA-15, respectivamente, enquanto uma mistura de  $H_2SO_4$  e hidróxido de sódio (NaOH) foi utilizada para remover um copolímero P123 do SBA-15.

Embora a extração por solvente preserve mais grupos silanol e diminua o encolhimento dos poros em comparação com o método de calcinação, não é prático devido ao grande consumo de solvente orgânico e à alta energia necessária para a recuperação do solvente. Além disso, mesmo após tratamentos repetidos de extração, o modelo pode não ser completamente removido (BARCZAK, 2018; DE ÁVILA; SILVA; MATOS, 2016b; LU; KAWAMOTO, 2012).

## 5. MATERIAL E MÉTODO

Este trabalho foi dividido em duas etapas, sendo a primeira o processo de síntese da sílica mesoporosa, a qual já é uma etapa bem consolidada e a segunda etapa é determinada pelas técnicas de remoção dos surfactantes.

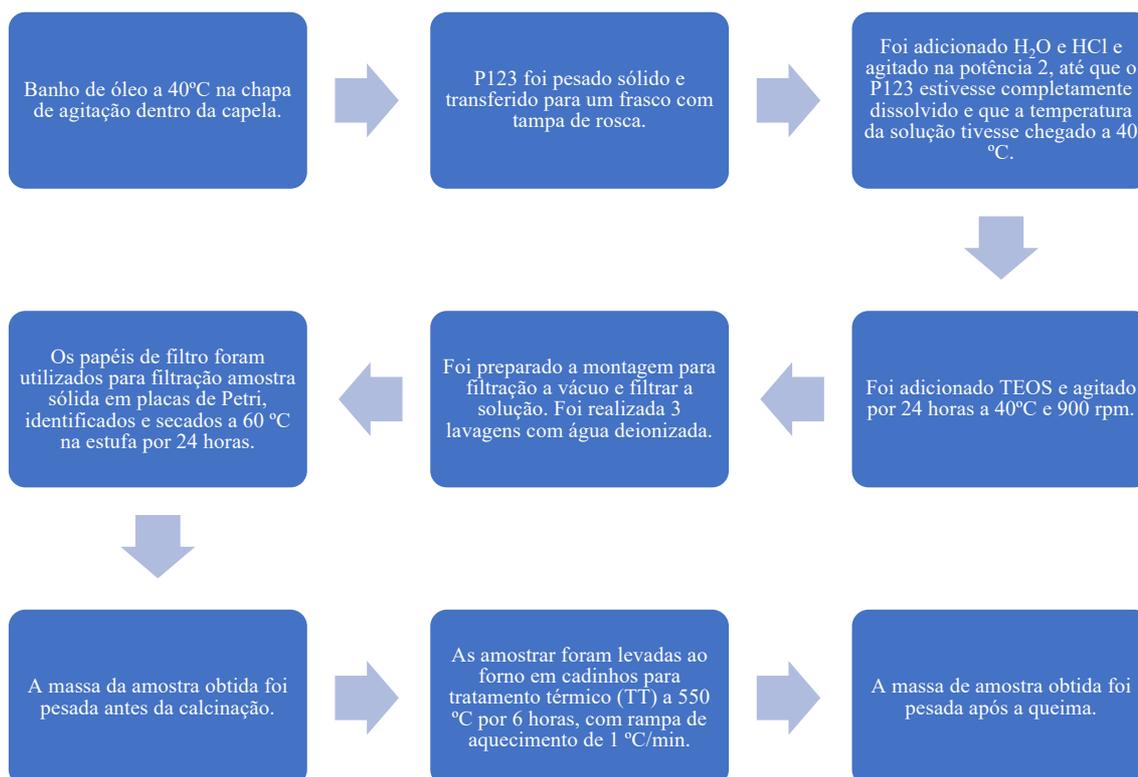
O tratamento térmico por calcinação (TT) foi utilizado como tratamento padrão para que fosse possível comparar os resultados obtidos.

Etapa 1: Síntese da sílica mesoporosa

Tabela 1: Reagentes utilizados na síntese FAP01-B6

Fabricante	Código	Reagentes	Quantidade	Unid.
Sigma-Aldrich	435465-1L	P123	9,87	g
Anidriol	53,065-1 A-1083	HCl	48,65	mL
-	-	H <sub>2</sub> O	318,85	mL
Sigma-Aldrich	8.006.581.000	TEOS	22,80	mL

Fonte: Do autor



## Etapa 2: Metodologias para eliminação de surfactante

Tabela 2: Referência da proporção de reagentes para via solvente FAP01-B6

Fabricante	Código	Reagentes	Tempo (h)	Quantidade	Unid.
		Etanol	24	500	cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup>
-	FAP01-B6 MC	Sílica	-	0,51	g
-	FAP01-B6 RF	Sílica	-	0,50	g
-	FAP01-B6 US	Sílica	-	0,50	g

Fonte:(GHAEDI; ZHAO, 2022)

As metodologias adotadas foram fundamentadas no estudo conduzido por (GHAEDI; ZHAO, 2022), o qual explorou diversas abordagens físicas e químicas. Entre as técnicas investigadas, identificamos que o tratamento assistido por micro-ondas (MC), o tratamento por refluxo utilizando solventes (RF) e o tratamento assistido por ultrassom (US) mostraram-se mais promissores e adequados aos equipamentos disponíveis para esta pesquisa.

#### Batelada 6 por Microondas (FAP01-B6 MC)

Inicialmente, foi realizada uma mistura de 0,51 g de sílica e 250 mL de etanol e agitadas por 5 minutos para assegurar uma dispersão homogênea da solução.

Posteriormente, procedeu-se ao aquecimento fracionado da solução no micro-ondas (eletrolux 18 L, tensão nominal 127 V, corrente 10,1 A, potência consumo 1140 W, frequência 60 Hz) realizando o primeiro aquecimento por 2 minutos consecutivos, seguido pelo tempo restante necessário para completar o processo. Essa sequência de etapas é crucial para o tratamento adequado da solução.

Após o tratamento no micro-ondas, o material foi submetido a nova filtração com auxílio de uma bomba de vácuo com compressor Primatec 131 2VC - Lubrificada a óleo – 38l/min - 695 mmHg. Por fim, o material filtrado foi levado à estufa a 60°C por mais 24 horas para secagem completa. Esse procedimento meticuloso garante a preparação adequada do material para os próximos passos experimentais.

#### Batelada 6 por refluxo (FAP01-B6 RF)

Inicialmente, procedeu-se à mistura minuciosa de 0,50 g de sílica com 250 mL de etanol em um banho de óleo, mantido a 70 °C, agitando vigorosamente por 24 horas a 900 rpm, utilizando refluxo para garantir o controle de temperatura. Após essa etapa, o

material resultante foi submetido à filtração meticulosa com o auxílio de uma bomba a vácuo, a fim de separar o solvente.

Posteriormente, o material filtrado foi encaminhado para um processo de secagem cuidadosa em estufa a 60 °C, visando a remoção completa do solvente e a preparação ideal para etapas subsequentes do procedimento experimental.

#### Batelada 6 por ultrassom (FAP01-B6 US)

Inicialmente, realizou-se uma minuciosa mistura de 0,50 g de sílica em 250 mL de solvente durante 5 minutos para pré-dispersar a solução. Em seguida, o material resultante foi submetido a uma ponteira de ultrassom (ultronique, modelo DESRUOTOR, frequência US 20 kHz, potencial US 500W, consumo 250 V e alimentação 220 V) operando a 100% de sua potência (500W) por um período fracionado de 5 minutos.

Posteriormente, o material foi filtrado e encaminhado para um cuidadoso processo de secagem em estufa a 60 °C. Esse procedimento tem como objetivo remover completamente o solvente, garantindo assim a preparação adequada e a pureza do material para as etapas subsequentes do experimento.

#### Caracterização:

Por fim as amostras foram levadas para serem caracterizadas por meio da técnica de espectroscopia de Infravermelho (FTIR) ATR e KBr Região do Iv médio (4000–400cm<sup>-1</sup>) por pastilha. O método por pastilha é empregado para amostras solidas, onde a amostras é feita em formato de pastilha a qual é uma pequena peça solida alcançada por compressão ou fusão.

## 6. RESULTADO E DISCUSSÃO

A primeira etapa do projeto foi a síntese da sílica mesoporosa, essa etapa já é uma etapa consolidada e com alta produção de sílica, a Figura 5 mostra o processamento da sílica segundo a metodologia mencionada. A solução apresentava a princípio uma coloração transparente no início do experimento.

Figura 5: Síntese da sílica mesoporosa



Fonte: Do autor

A Figura 6 representa a solução após 24 horas de agitação e controle de temperatura. É perceptível que houve uma mudança na coloração, passando de uma coloração anterior para uma coloração mais leitosa e viscosa. Além disso, o pH da solução foi analisado com o papel de tornassol e apresentou valores bem baixos, cerca de 1.

Figura 6: Sílica após a síntese



Fonte: Do autor

Após a agitação e controle de temperatura por 24 horas, a solução foi filtrada com auxílio da bomba a vácuo e o filtro de 2  $\mu\text{m}$ . Em seguida, o material foi levado à estufa a 60 °C para secagem, resultando em um total de 12,30 g de sílica, Figura 7.

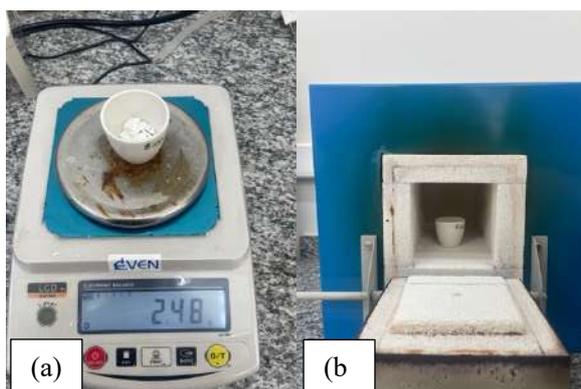
Figura 7: Sílica sintetizada



Fonte: Do autor

Após a agitação e controle de temperatura por 24 horas, parte do material obtido foi separado para ser submetido a diferentes tratamentos com o objetivo de avaliar as técnicas de remoção dos surfactantes. O primeiro método realizado foi o método de tratamento térmico (TT), ou seja, a calcinação. Foram separados 2,48 g de sílica que foram transformados em pó e submetidos ao aquecimento, como pode ser visto na Figura 8.

Figura 8: (a) Amostra pesada. (b) A amostra sendo inserido no forno.



Fonte: Do autor

Ao final do tratamento térmico o material foi pesado para avaliar a perda de massa, ou seja, do surfactante e o material passou para 0,95 g apresentando uma redução de 61% da massa inicial da amostra. A redução encontrada foi maior do que a normalmente encontrada na literatura, que é cerca de 40%, acredita-se houve pequenas implosões durante a saída do surfactante, pois foi encontrado parte do pó no interior do equipamento.

Em seguida, foi testado o método assistido por micro-ondas, o experimento conduzido no microondas, foi planejado para o aquecimento, dividido em etapas. O tempo efetivamente realizado foi de 2 minutos e duas de 30 segundos. Foi utilizado 0,51 gramas de massa de sílica e uma quantidade de 250 mL de etanol. Vale a pena ressaltar que antes do início do experimento a solução foi submetida a uma pré agitação por 5 minutos para melhor dispersar a sílica no etanol.

Figura 9: Tratamento assistido por microondas



Fonte: Do autor

Durante a primeira etapa de aquecimento, o microondas foi ajustado para 2 minutos. Contudo, aos 1 minutos e 43 segundos, o etanol alcançou o ponto de ebulição, resultando na expulsão parcial da solução do recipiente, no entanto o processo não pode ser repetido em razão da falta de tempo e disponibilidade do equipamento.

Aproximadamente 100 mL da solução foram perdidos, e devido à falta de homogeneidade da solução, não foi viável determinar a quantidade de sílica eliminada.

Posteriormente, foram realizados dois aquecimentos adicionais de 30 segundos, com intervalos de 10 minutos, devido à persistência de altas temperaturas no recipiente.

Inicialmente, havia sido previsto um aumento notável na temperatura do etanol, no entanto, esperava-se que a substância esfriasse na mesma proporção em que foi aquecida.

Além disso, mesmo com a perda de material durante o processo, uma quantidade significativa ainda foi encontrada, conforme ilustrado na Figura 10. Posteriormente, o material foi submetido à secagem, resultando na redução da massa de 0,51g para 0,21g, o que representa uma diminuição de 58%. Essa redução é compreensível devido à perda parcial do material durante as etapas anteriores.

Além disso, a solução após o aquecimento apresentou menor quantidade de corpo de fundo.

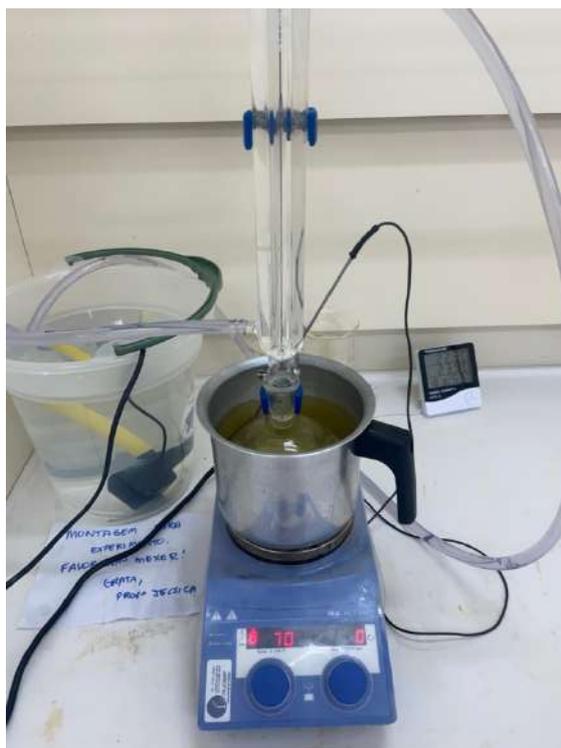
Figura 10: Material obtido após o tratamento assistido por microondas



Fonte: Do autor

O próximo método realizado foi o pelo refluxo Figura 11, foi utilizado uma quantidade inicial de 0,50 g de sílica, que foi planejado o banho de óleo a 70° C por 24 horas e a 900 rpm. Após o tempo determinado, a solução apresentou uma coloração mais turva e aparentou uma boa dispersão da sílica em etanol.

Figura 11: Processo de via química por refluxo



Fonte: Do autor

Após a filtração, um intervalo de tempo foi observado antes da etapa de secagem, resultando em uma massa final de 0,26 g. Essa redução de 48% está em conformidade com os dados reportados na literatura. Durante o processo de secagem e raspagem, foi notada uma heterogeneidade significativa nos tamanhos dos grãos do material. Foram identificados grãos consideravelmente maiores em contraste com uma fração muito fina do material, como pode-se ver na Figura 12.

Figura 12: Material obtido pela via química por refluxo



Fonte: Do autor

A metodologia mais recente empregada foi a assistida pela ponteira de ultrassom, utilizando 0,50 g de sílica e 250 mL de etanol. Antes de submeter a solução à ponteira de ultrassom, foi realizada uma pré-dispersão por 5 minutos, visando assegurar uma dispersão adequada no etanol. Além disso, foi utilizado 100% da potência do aparelho (500W). Após a pré-dispersão a solução foi levada a ponteira de ultrassom, num total de 3 minutos, sendo fracionada em 2:30 minutos, como pode-se ver na Figura 13 há uma grande presença de corpo de fundo.

Figura 13: Solução antes da sonicação



Fonte: Do autor

Durante o processo não houve aquecimento perceptível da solução, o qual não era esperado, a sílica apresentou uma melhor dispersão e a coloração mudou rapidamente para uma cor mais translúcida. Além disso, foi possível perceber uma quantidade significativa de precipitado como pode-se ver na Figura 14.

Figura 14: Solução após sonicação



Fonte: Do autor

Durante a etapa de filtração da solução assistida pela ponteira de ultrassom foi bastante perceptível que foi a qual levou mais tempo de filtração. Após a secagem do mate foi possível perceber alguns grãos maiores, mas a maioria da sílica obtida apresentou-se extremamente delgadas, explicando o maior tempo de filtração.

Além disso, o peso final obtido foi de 0,28 g, tendo uma redução de cerca de 44% de massa, também estando de acordo com o esperado pela literatura.

A Tabela 3, mostra um comparativo de da retração dos testes realizados, sendo o TT o qual apresentou maior retração indicando que provavelmente se perdeu uma quantidade de massa. Enquanto a amostra US apresentou perda de massa semelhante a da literatura.

Tabela 3: Comparação da retração de massa.

<b>Amostra</b>	<b>Retração (%)</b>
FAP01-B6 TT	61
FAP01-B6 MC	58
FAP01-B6 RF	48
FAP01-B6 US	44

Fonte: do Autor

Figura 15: Material obtido por meio da ponteira de ultrassom



Fonte: Do autor

Por fim as amostras foram levadas para serem caracterizadas pelo FTIR para analisar as ligações químicas presentes, as amostras foram a sílica sem nenhum tratamento (FTIR FAP 01- B6 Ausente de tratamento), a por calcinação (FTIR FAP 01- B6 TT), assistida por microondas (FTIR FAP 01- B6 MC), a por refluxo (FTIR FAP 01- B6 RF) e por ultrassom (FTIR FAP 01- B6 US).

Ao analisar os espectros, é notável que a sílica obtida exibe picos característicos, incluindo  $773\text{ cm}^{-1}$  - Si-OH,  $1049\text{ cm}^{-1}$  - Si-O-Si,  $1681\text{ cm}^{-1}$  - P123,  $1749\text{ cm}^{-1}$  -  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $2927\text{ cm}^{-1}$  - C-C e C-H referentes ao alongamento do P123, e  $3360\text{ cm}^{-1}$  - O-H (INNOCENZI et al., 2003).

A Figura 16 é o espectro obtido pela sílica mesoporosa sem nenhum tratamento para remoção do surfactante, por meio dessa é possível identificar os grupos funcionais presentes para melhorar comprar a eficácia dos tratamentos selecionados.

Segundo (MAWHINNEY; GLASS; YATES, 1996), a banda referente entre  $2353$  e  $2564\text{ cm}^{-1}$  está relacionada ao grupo silanol ( $\text{SiH}_x$ ), enquanto  $2975$ ,  $2920$  e  $2884\text{ cm}^{-1}$  está relacionado ao modo de estiramento das ligações de C-C e C-H do P123 (INNOCENZI et al., 2003).

De acordo com (MAWHINNEY; GLASS; YATES, 1996; MIRTAHERI; SHOKOUHIMEHR; BEITOLLAHI, 2017; SU; WANG; LIU, 2002), algumas das bandas de absorção do copolímero P123 estão na faixa de  $2800$  a  $3000\text{ cm}^{-1}$ , atribuídas às vibrações de estiramento de  $\text{CH}_2$ . As bandas de absorção na região de  $1340$  a  $1500\text{ cm}^{-1}$  são associadas às vibrações dos grupos  $-\text{CH}_2$  e  $-\text{CH}_3$ . Além disso, há bandas de absorção

na faixa de 1094 a 1281  $\text{cm}^{-1}$  relacionadas às vibrações de estiramento de C–O–H e O–H.

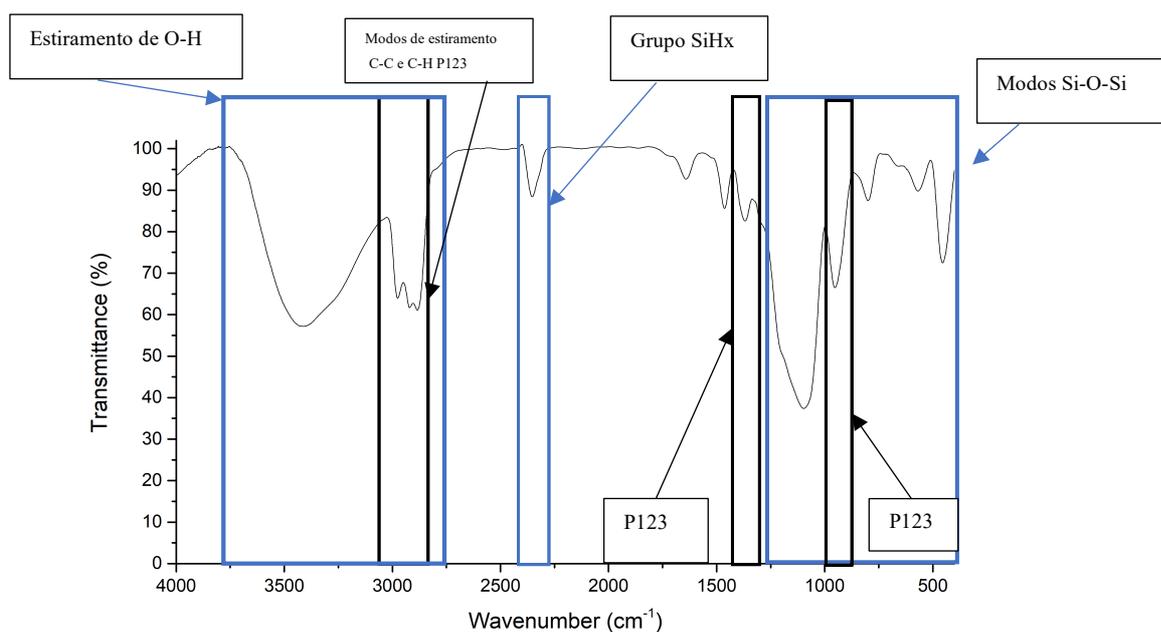
A presença das bandas de absorção do copolímero P123 é evidente nos picos de 952 e 799  $\text{cm}^{-1}$ , os quais estão associados, respectivamente, às ligações assimétricas de  $\text{CH}_2$ .

Segundo (RYAN et al., 2009), o espectro de P123 exibe uma série de picos distintos, cada um associado a diferentes ligações químicas e movimentos moleculares específicos. A 963  $\text{cm}^{-1}$ , observa-se a vibração de balanço antisimétrica do grupo  $\text{CH}_2$ . O pico em 1061  $\text{cm}^{-1}$  (juntamente com um ombro) está relacionado ao estiramento antisimétrico do grupo C-O-C e ao balanço simétrico do grupo  $\text{CH}_2$ .

O estiramento simétrico do grupo C-O-C é evidenciado em 1103  $\text{cm}^{-1}$ , enquanto o pico em 1150  $\text{cm}^{-1}$  (também com uma proeminência) está associado aos estiramentos dos grupos C-C e C-O-C. O movimento de torção antisimétrica - simétrica do grupo  $\text{CH}_2$  é representado em 1237  $\text{cm}^{-1}$ , enquanto a torção antisimétrica + simétrica do mesmo grupo é identificada em 1281  $\text{cm}^{-1}$ .

A 1342  $\text{cm}^{-1}$ , o pico indica o movimento de balanço antisimétrico do grupo  $\text{CH}_2$ , e a deformação simétrica do grupo metila é observada em 1373  $\text{cm}^{-1}$ . Finalmente, o estiramento do grupo C-H metila é evidenciado em 2970  $\text{cm}^{-1}$ . Esses picos fornecem uma representação dos diferentes movimentos vibracionais e estiramentos de ligações químicas presentes na estrutura molecular do P123, contribuindo para a compreensão detalhada de sua composição e organização molecular.

Figura 16: Espectro FTIR FAP 01- B6 Ausente de tratamento

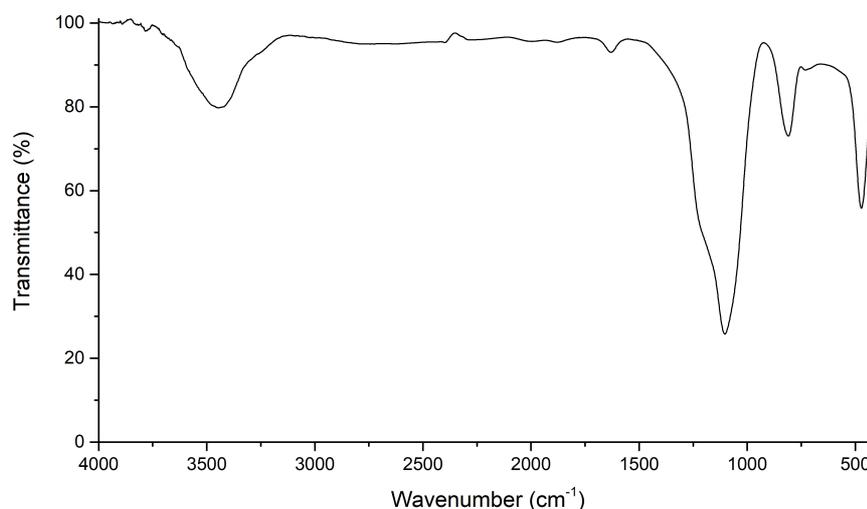


Fonte: Do autor

Através da Figura 17, que representa o espectro das amostras submetidas à calcinação - um tratamento frequentemente utilizado, apesar de seus consideráveis impactos ambientais - é visível o desaparecimento das bandas de absorção associadas ao P123, localizadas em  $1367\text{ cm}^{-1}$ , assim como dos modos de estiramento deste surfactante em  $2975$ ,  $2920$  e  $2884\text{ cm}^{-1}$ .

Adicionalmente, é perceptível a ausência da banda em  $2353\text{ cm}^{-1}$ , relacionada aos grupos silanois ( $\text{SiH}_x$ ), assim como das bandas em  $1463$ ,  $952$  e  $569\text{ cm}^{-1}$ , associadas, respectivamente, à água ( $\text{H}_2\text{O}$ ) e ao P123. Logo, percebe-se que esse método é capaz de eliminar o P123.

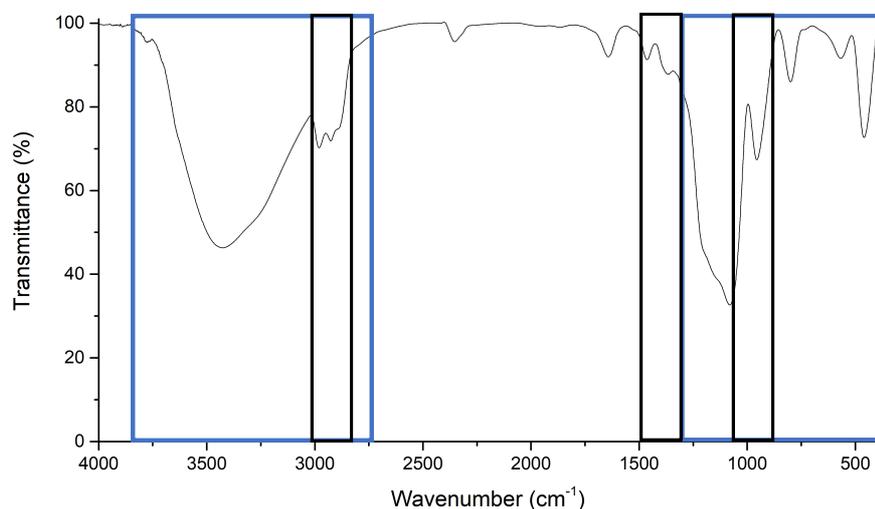
Figura 17: Espectro FTIR FAP 01- B6 TT



Fonte: Do autor

A Figura 18 representa o espectro resultante do tratamento físico assistido por micro-ondas. Notavelmente, são identificáveis as bandas de absorção relacionada ao P123, situadas, respectivamente, em 2980, 2926 e 1364  $\text{cm}^{-1}$  para o primeiro, e em 954 e 799  $\text{cm}^{-1}$  para o segundo.

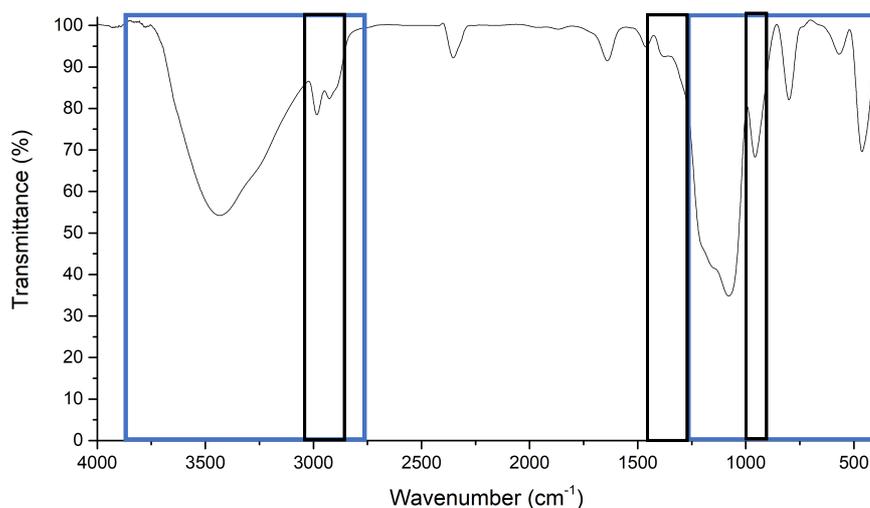
Figura 18: Espectro FTIR FAP 01- B6 MC



Fonte: Do autor

O espectro da via química por refluxo está representado na Figura 19, nesta ainda é bem perceptível a presença dos grupos funcionais referentes ao P123 em 2984, 2926 e 1376  $\text{cm}^{-1}$  e ao P123 os picos de 956 e 799  $\text{cm}^{-1}$ . Além disso, manteve-se o grupo funcional  $\text{SiH}_x$ .

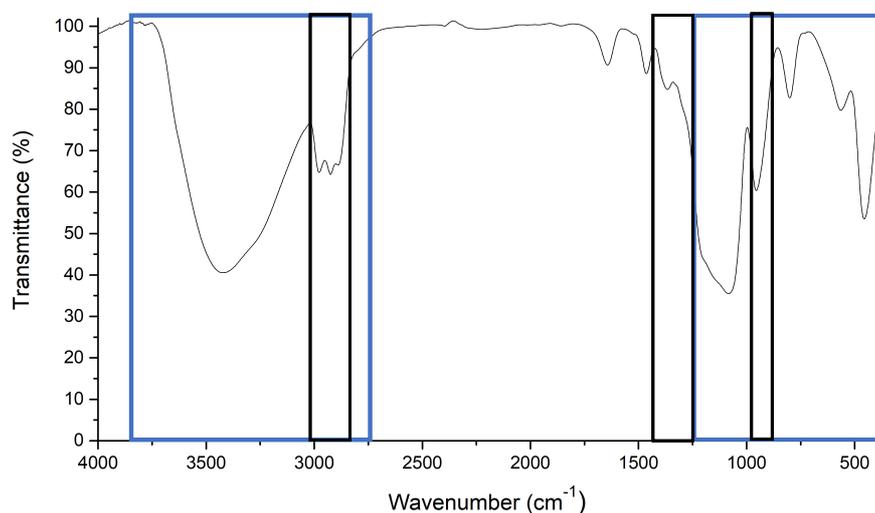
Figura 19: Espectro FTIR FAP 01- B6 RF



Fonte: Do autor

Por fim, o último método experimental testado foi o assistido por ultrassom, conforme apresentado na Figura 20. Nesta análise, ainda foram identificadas as bandas de absorção em 2977, 2924, 2889 e 1365  $\text{cm}^{-1}$ , as quais estão associadas ao P123, juntamente com as bandas em 954 e 800  $\text{cm}^{-1}$ .

Figura 20: Espectro FTIR FAP 01- B6 US



Fonte: Do autor

Após os tratamentos, todas as amostras analisadas apresentaram redução na massa total, sugerindo ao menos uma remoção parcial do surfactante orgânico. É importante notar que as reduções de massa observadas foram maiores do que aquelas descritas na literatura, onde a diminuição costuma ser em torno de 40%. A exceção foi a amostra

FAP01-B6 US, que se aproximou mais dos valores literários. É relevante mencionar que a perda de massa da FAP01-B6 MC está vinculada à perda de material durante a execução do experimento, causada pelo início da ebulição do solvente de etanol. Já a redução observada na FAP01-B6 TT possivelmente está associada ao processo de aquecimento, no qual pequenas explosões podem ter ocorrido, resultando na perda de uma certa quantidade de material.

Adicionalmente, é importante destacar que durante os procedimentos de filtração das amostras, o processo foi rápido, sugerindo uma boa dispersão entre a sílica e o etanol, com exceção da amostra assistida pela ponteira de ultrassom. Isso provavelmente ocorreu devido ao fato de as partículas obtidas após essa etapa serem extremamente finas, o que afetou a eficiência do processo de filtração.

Posteriormente, as amostras foram submetidas à análise por FTIR para identificação das ligações químicas presentes. A primeira amostra analisada foi a FAP01-B6, sem tratamento prévio, com o intuito de identificar as ligações químicas antes da aplicação de tratamentos térmicos, físicos e químicos. Os picos observados para o P123 foram de 1367, 2975, 2920, 2884, 954 e 799  $\text{cm}^{-1}$ .

Em seguida, foi examinada a FAP01-B6 TT, método mais convencional. Notou-se o desaparecimento dos picos de absorção associados ao copolímero P123 nessa amostra. O objetivo era alcançar resultados semelhantes utilizando métodos mais ecológicos.

Todavia, nas amostras FAP01-B6 MC, FAP01-B6 RF e FAP01-B6 US foram encontradas estiramento C-C e C-H do, além disso os picos de 952 e 799  $\text{cm}^{-1}$  que estão relacionados ao P123. Podendo-se concluir que o surfactante não foi completamente eliminado pelos métodos alternativos optados, mas acredita-se que uma porção indeterminada foi eliminada devido a perda de massa após o fim do processo.

Para uma compreensão mais aprofundada da perda de massa de forma quantitativa, o estudo de termogravimetria (TGA) se torna essencial. Através dele, é viável quantificar o surfactante presente no interior da sílica mesoporosa, assim como determinar a temperatura para sua eliminação.

Além disso, é relevante destacar que o uso dos Parâmetros de Hansen permitiria prever a solubilidade do surfactante no solvente. Isso ajudaria na seleção de solventes mais apropriados e com maior afinidade para o processo. Além disso, a disponibilidade dos surfactantes que se tem acesso no laboratório ainda é bastante limitada.

Infelizmente nas metodologias sugeridas não foi possível ver a eliminação completa, acredita-se que a limitação dos equipamentos e reagentes e um controle mais preciso das condições possa ter impedido uma eliminação completa do P123.

Entende-se que os métodos mais frequentemente empregados na remoção do P123 incluem extração por solvente, tratamento térmico, troca de solventes, extração assistida por CO<sub>2</sub> Supercrítico e a combinação dessas técnicas. A extração por solvente se destaca como uma abordagem eficaz, notadamente de menor impacto ambiental, embora requeira a identificação do solvente ideal para dissolver o co-polímero.

Atualmente, o método por solvente se mostra como uma opção eficiente para remover o P123, promovendo uma redução significativa na pegada de carbono. No entanto, sua eficácia depende da escolha criteriosa do solvente adequado, capaz de dissolver seletivamente o co-polímero, garantindo a remoção eficiente do P123 da estrutura da sílica mesoporosa.

Essa seleção cuidadosa do solvente é crucial para evitar danos à estrutura da sílica mesoporosa, preservando suas propriedades desejadas e assegurando um processo de remoção eficiente e ambientalmente consciente do P123. A seleção do solvente ideal pode ser feita pela utilização do Parâmetro de Hansen permite prever a solubilidade ou miscibilidade de substâncias diferentes analisando Dissimilaridade de Dispersão ( $\delta D$ ), Dissimilaridade de Polaridade ( $\delta P$ ) e Dissimilaridade de Ligações de Hidrogênio ( $\delta H$ ).

## 7. CONCLUSÃO

O objetivo principal deste estudo foi investigar e testar metodologias alternativas e ambientalmente mais sustentáveis para remover surfactantes orgânicos, visando aprimorar a aplicabilidade das sílicas mesoporosas no mercado. Além disso, procurou-se analisar se ainda persistiria a presença do copolímero P123 após os tratamentos que a sílica foi submetida.

Apesar da notória perda de massa nos processos, pelo espectro de FTIR foi possível notar que ainda se fazia presente os grupos funcionais referentes ao P123, ou seja, demonstrando que os métodos selecionados não foram capazes de eliminá-lo completamente.

O método cuja mostrou melhor eficiência na remoção do surfactante ainda é o da calcinação térmica, no entanto dos métodos testados o assistido por ponteira de ultrassom foi o qual apresentou os melhores resultados. Isso se deve ao fato do melhor controle das variáveis, além disso obteve-se grãos bastante finos e homogêneos.

Uma das possíveis razões para a ineficácia dos métodos utilizados pode estar associada à restrição dos equipamentos disponíveis na instituição e o solvente utilizado não ter sido o mais eficiente para dissolver o material. Essas limitações podem impedir a utilização de solventes mais adequados e eficazes, o que pode comprometer a eficiência do processo de remoção do P123 da sílica mesoporosa.

## **8. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

À medida que enfrentamos desafios crescentes na eliminação de surfactante orgânicos da sílica mesoporosa, é essencial explorar novas perspectivas e estratégias para essas sejam mais aplicadas no mercado.

Para otimizar a remoção do P123 da sílica mesoporosa, um estudo mais detalhado sobre a interação entre o iniciador e os solventes empregados se mostra essencial. Isso possibilitaria a seleção de solventes com uma afinidade química superior, promovendo uma expulsão espontânea mais eficaz do P123 do interior da estrutura da sílica mesoporosa.

Além disso, a adoção de uma abordagem combinada de técnicas parece ser uma estratégia promissora para superar as limitações inerentes aos métodos empregados de forma isolada.

## 9. REFERÊNCIA:

- AIROLDI, CLAUDIO; FARIAS, R. F. DE. O USO DE SÍLICA GEL ORGANOFUNCIONALIZADA COMO AGENTE SEQUESTRANTE PARA METAIS. *Quimica Nova*, v. 23, n. 4, p. 496–503, 2000.
- ALEMOUR, B.; BADRAN, O.; HASSAN, M. R. A review of using conductive composite materials in solving lightning strike and ice accumulation problems in aviation. *Journal of Aerospace Technology and Management* *Journal of Aerospace Technology and Management*, , 2019.
- BARCZAK, M. Template removal from mesoporous silicas using different methods as a tool for adjusting their properties. *New J. Chem.*, v. 42, n. 6, p. 4182–4191, 2018.
- DE ÁVILA, S. G.; SILVA, L. C. C.; MATOS, J. R. Optimisation of SBA-15 properties using Soxhlet solvent extraction for template removal. *Microporous and Mesoporous Materials*, v. 234, p. 277–286, 2016a.
- DE ÁVILA, S. G.; SILVA, L. C. C.; MATOS, J. R. Optimisation of SBA-15 properties using Soxhlet solvent extraction for template removal. *Microporous and Mesoporous Materials*, v. 234, p. 277–286, 2016b.
- GHAEDI, H.; ZHAO, M. Review on Template Removal Techniques for Synthesis of Mesoporous Silica Materials. *Energy and Fuels* *American Chemical Society*, , 3 mar. 2022.
- GUNATHILAKE, C.; JARONIEC, M. Mesoporous organosilica with amidoxime groups for CO<sub>2</sub> sorption. *ACS Applied Materials and Interfaces*, v. 6, n. 15, p. 13069–13078, 13 ago. 2014.
- HUSADA, F. R. K. DEVELOPMENT OF HETEROATOM FUNCTIONALIZED MESOPOROUS SILICA FOR NATURAL GAS DEHYDRATION. *Ayam*, v. 8, n. 5, p. 55, 2019.
- INNOCENZI, P. et al. Order-disorder transitions and evolution of silica structure in self-assembled mesostructured silica films studied through FTIR spectroscopy. *Journal of Physical Chemistry B*, v. 107, n. 20, p. 4711–4717, 22 maio 2003.
- Jl, H. et al. Synthesis of Si-MCM-48 membrane by solvent extraction of the surfactant template. *Journal of Non-Crystalline Solids*, v. 354, n. 18, p. 2010–2016, 2008.
- KOOHI MOFTAKHARI ESFAHANI, M. et al. Application of Mesoporous Silica Nanoparticles in Cancer Therapy and Delivery of Repurposed Anthelmintics for Cancer Therapy. *Pharmaceutics* *MDPI*, , 1 ago. 2022.
- LU, B.; KAWAMOTO, K. A novel approach for synthesizing ordered mesoporous silica SBA-15. *Materials Research Bulletin*, v. 47, n. 6, p. 1301–1305, 2012.
- MARGOLESE, D. et al. Direct syntheses of ordered SBA-15 mesoporous silica containing sulfonic acid groups. *Chemistry of Materials*, v. 12, n. 8, p. 2448–2459, 2000.
- MAWHINNEY, D. B.; GLASS, J. A.; YATES, J. T. FTIR Study of the Oxidation of Porous Silicon. [s.l: s.n.]. Disponível em: <<https://pubs.acs.org/sharingguidelines>>.
- MIRTAHERI, B.; SHOKOUHIMEHR, M.; BEITOLLAHI, A. Synthesis of mesoporous tungsten oxide by template-assisted sol-gel method and its photocatalytic degradation activity. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, v. 82, n. 1, p. 148–156, 1 abr. 2017.
- PIREZ, C.; WILSON, K.; LEE, A. F. An energy-efficient route to the rapid synthesis of organically-modified SBA-15 via ultrasonic template removal. *Green Chemistry*, v. 16, n. 1, p. 197–202, 2014.
- PRADO, A. G. S.; FARIA, E. A.; PADILHA, P. M. Aplicação e modificação química da sílica gel obtida de areia. *Quimica Nova*, v. 28, n. 3, p. 544–547, 2005.

- RYAN, K. M. et al. Block copolymer mediated stabilization of sub-5nm superparamagnetic nickel nanoparticles in an aqueous medium. **Nanotechnology**, v. 20, n. 41, 2009.
- SANTOS, A. R. et al. Encapsulation of Essential Oils in Silica Coating. **Proceedings of The 6th International Virtual Conference on Advanced Scientific Results**, v. 6, n. July, p. 168–172, 2018.
- SCIORTINO, M. et al. Silica-Microencapsulated Orange Oil for Sustainable Pest Control. **Advanced Sustainable Systems**, v. 5, n. 4, p. 1–8, 2021.
- SILVA, M. L. APLICAÇÃO DA TERMOGRAVIMETRIA NA DETERMINAÇÃO DO TEOR DE FERRO EM COMPRIMIDOS: um estudo comparativo com a espectrofotometria. p. 117, 2013.
- SOUZA MENDES, L. **Síntese de nanopartículas de sílica mesoporosa e aplicações como biomaterial**. [s.l: s.n.].
- SU, Y. L.; WANG, J.; LIU, H. Z. FTIR spectroscopic study on effects of temperature and polymer composition on the structural properties of PEO-PPO-PEO block copolymer micelles. **Langmuir**, v. 18, n. 14, p. 5370–5374, 9 jul. 2002.
- TANEV, P. T.; PINNAVAIA, T. J. **Mesoporous Silica Molecular Sieves Prepared by Ionic and Neutral Surfactant Templating: A Comparison of Physical Properties**. [s.l: s.n.]. Disponível em: <<https://pubs.acs.org/sharingguidelines>>.
- TSONCHEVA, T. et al. Iron and copper oxide modified SBA-15 materials as catalysts in methanol decomposition: Effect of copolymer template removal. **Applied Catalysis A: General**, v. 318, p. 234–243, 2007.
- VIEIRA BELA ORIENTADORA, R.; ISABEL PAIS, M. **SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE SÍLICAS MESOPOROSAS COM FERRO E COBALTO ASSOCIADOS**. [s.l: s.n.].
- XIAO, Z. et al. Organic hollow mesoporous silica as a promising sandalwood essential oil carrier. **Molecules**, v. 26, n. 9, 2021.
- ZANJANCHI, M. A.; JABARIYAN, S. Application of ultrasound and methanol for the rapid removal of surfactant from MCM-41 molecular sieve. **Journal of the Serbian Chemical Society**, v. 79, n. 1, p. 25–38, 2014.