**Aplicação de ultrassom para aumento da área superficial da Sílica extraída das cinzas de cinzas de casca de arroz.**

**Shayla Santos Lopes1, Mirian Dosolina Fusinato2\*, Pedro José Sanches Filho1, Diego Gil de los Santos1, Camila Ottonelli Calgaro.**

*\*Autor correspondente:* *mirfusinato@gmail.com*

*1Engenharia Química, Curso Técnico em Química– Instituto Federal Sul-Rio-Grandense (IFSul) – Praça 20 de Setembro, 455, 96015-360, Pelotas, RS, Brasil*

*2Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – PPGCEM – Universidade Federal de Pelotas – Rua Gomes Carneiro, 01, 96010-610, Pelotas, RS, Brasil.*

Resumo/Abstract

RESUMO – As sílicas com grande área superficial, tem vasto campo de aplicação como catalisadores, adsorventes, isolantes térmicos e, na biomedicina. Em busca de novas técnicas para o aumento da área superficial da sílica, o emprego da sonificação vem sendo estudado. A sonificação consiste na ação das ondas de ultrassom que provocam o efeito de cavitação e proporcionam o aumento do número de poros e a dispersão do material. O objetivo desse estudo foi avaliar o efeito da sonificação na área superficial da sílica obtida através de cinzas de casca de arroz. A sílica foi extraída das cinzas de casca de arroz pelo método sol-gel com o uso de ultrassom, tanto na etapa de extração como na etapa final no gel. A caracterização da sílica foi realizada por BET e BJH. Os resultados demonstram o aumento da área superficial e a redução do diâmetro dos poros, devido a aplicação do ultrassom no gel. A sílica após sonificação de 1 hora no gel obteve área superficial BET de 578,72 m2.g-1 e diâmetro do poro de 5,90 nm.

*Palavras-chave: Sonificação, sol-gel, resíduos agrícolas, passivo ambiental.*

ABSTRACT – Silica with high surface area have a wide field of application as catalysts, adsorbents, thermal insulators and in biomedicine. In search of new techniques to increase the surface area of silica, the use of sonification has been studied. Sonification consists of the action of ultrasound waves that cause the cavitation effect and provide an increase in the number of pores and the dispersion of the material. The aim of this study was to evaluate the effect of sonification on the surface area of silica obtained from rice husk ash. Silica was extracted from rice husk ash by sol-gel method using ultrasound, both in the extraction step and in the final step in the gel. The characterization of silica was performed by BET and BJH. The results show the increase of the surface area and the reduction of the pore diameter, due to the application of ultrasound in the gel. The silica after sonification for 1 hour in the gel obtained a BET surface area of 578.72 m2.g-1 and a pore diameter of 5.90 nm.

*Keywords: Sonification, sol-gel, agricultural waste,*

## Introdução

A sílica com elevada área superficial tem ganhado mercado, principalmente em aplicações tais como: catalisadores, adsorventes, sistema de administração de medicamentos e isolamento térmico (1–3). Existem diferentes métodos de obtenção de sílica a partir de resíduos agrícolas, e o método sol-gel está entre os mais empregados. A utilização de ultrassom vem como uma grande ferramenta para melhorias no processo de obtenção dessa sílica, onde através do efeito de cavitação provocado pelas ondas de ultrassom incrementam a transferência de massa, beneficiando a extração e o aumento da área superficial e na etapa após a lavagem do gel, esse mesmo mecanismo auxilia a dispersão e o aumento dos poros no gel (2,4).

A sílica extraída das CCA tem como precursor a casca do arroz (CA), com alta geração em todos os continentes (5), com a crise energética dos últimos anos e a necessidade de produção de energia limpas, a combustão de CA vem crescendo, e o subproduto são as CCA que correspondem a aproximadamente 20% da CA em peso (6), e esta tem em torno de 90% de sílica (7). Em condições de queima em temperatura controlada da casca (500-700°C) cinzas com sílica amorfa são geradas (8). Nesse contexto, o objetivo desse estudo é aumentar a área superficial da sílica obtida da CCA através do processo sol-gel, conforme procedimento já realizado no trabalho de Fusinato et al. (4), com o acréscimo de uma etapa de sonificação após a lavagem do gel.

## Experimental

*Extração da sílica das cinzas da casca de arroz*

As CCA são provenientes da Indústria Riograndense de Óleos Vegetais (IRGOVEL), obtida da queima da CA por combustão, na fornalha da caldeira para geração de energia. Esse material foi seco em estufa a uma temperatura de 100ºC por 1 hora.

O processo de obtenção de sílica foi de acordo com o método sol-gel sob ultrassom, realizado no trabalho de Fusinato et al. (4), com a inclusão de uma etapa a mais de ultrassom após a lavagem da sílica. O processo consiste nas seguintes etapas: em um Erlenmeyer de plástico com tampa, adiciona-se 20g de CCA e 400 ml de Hidróxido de Sódio 2,2M. Logo após as amostras foram colocadas em um banho ultrassônico (Unique, modelo: USC-4800A) a uma temperatura de 60ºC durante 2 horas. Em seguida, as amostras foram filtradas, lavadas com 100 ml de água destilada quente e o filtrado foi neutralizado, utilizando solução de HCl 2M até pH igual a 7. Envelhecidos por 18h e então lavados com água destilada até eliminação do cloreto de sódio. A amostra CCA1 foi encaminhada direto para a etapa de secagem, a segunda amostra retornou novamente para o ultrassom por um período de meio hora (CCA2) e a terceira retornou para o ultrassom por um período de uma hora (CCA3), todas sem temperatura. Após foram filtradas e secas em estufa a 80 °C por 12h.

*Caracterização da sílica*

As sílicas obtidas foram caracterizadas para determinar a área superficial específica pelo método BET (Brunauer-Emmett-Teller). O volume e diâmetro do poro pelo método de Barret-Joyner-Halenda (BJH). O ensaio foi realizado usando equipamento modelo Gemini VII 2390ª, no laboratório CIA/FURG.

Resultados e Discussão

Os dados da Tabela 1 mostram os resultados de BET e BJH da sílica obtida.

**Tabela 1.** Área superficial, volume e diâmetro dos poros.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Amostras | SBET (m2.g-1) | Volume total poros (cm3.g-1) | Diâmetro poro (nm) |
| Sílica CCA1 - sem o ultrassom final | 460,03 | 0,91 | 6,67 |
| Sílica CCA2 – 30 minutos ultrassom final | 520,57 | 0,75 | 5,79 |
| Sílica CCA3 -1 hora de ultrassom final | 578,72 | 0,85 | 5,90 |
| SBET - área superficial determinada pelo cálculo de BET. |

A partir dos resultados da tabela 1 é possível verificar que a sílica CCA1 que não sofreu o ultrassom final está de acordo com os resultados obtidos no trabalho de Fusinato et al. Já as sílicas que foram para a etapa final de ultrassom tiveram sua área superficial aumentada e o diâmetro dos poros diminuído. Estes resultados da CCA2 e CCA3 indicam que possivelmente essa sílica possa ser classificada como aerogel, conforme o Soleimani e Abbasi (9), uma das classificações do aerogel é a área específica de 500-1200 m2.g-1.

## Conclusões

A partir das CCA geradas em caldeira industrial, com uso de método sol-gel auxiliado pelo ultrassom na etapa de extração e no gel após a lavagem, foi possível obter a sílica com elevada área superficial. A área específica BET determinada para a sílica com 30 minutos de sonificação foi de cerca de 520 m²/g e quando elevou-se o tempo para 1 h ocorreu um aumento para 578,72 m²/g, mostrando que o efeito do ultrassom foi positivo para melhorar as propriedades texturais do material.

## Agradecimentos

Ao Instituto Federal Sul-rio-grandense Campus Pelotas (IFSul). A IRGOVEL - Indústria Riograndense de Óleos Vegetais Ltda, pelo suporte financeiro e pela matéria-prima do estudo. À FAPERGS ( projeto n°20/2551-0000441-4).

## Referências

1. Espinoza MJC, Lin KS, Weng MT, Kunene SC, Lin YS, Lin YT. Synthesis and characterization of silica nanoparticles from rice ashes coated with chitosan/cancer cell membrane for hepatocellular cancer treatment. Int J Biol Macromol. 2023;228(December 2022):487–97.

2. Niazi Z, Ashjari M, Janqamsari Y. Ultrasound-promoted synthesis of high-porosity silica aerogels using embedded recycled PET fibers. Microporous Mesoporous Mater. 2022;332(November 2021):1–7.

3. Kano S, Yamamoto A, Ishikawa A, Fujii M. Respiratory rate on exercise measured by nanoparticle-based humidity sensor. Proc Annu Int Conf IEEE Eng Med Biol Soc EMBS. 2019;3567–70.

4. Fusinato MD, da Silva Amaral MAF, de Irigon PI, Calgaro CO, de los Santos DG, Filho PJS. Silica extraction from rice hull ash through the sol–gel process under ultrasound. Environ Sci Pollut Res. 2022;(0123456789).

5. FAO-AMIS. Agricultural Market Information System (AMIS). 2021.

6. Kang SH, Hong SG, Moon J. The use of rice husk ash as reactive filler in ultra-high performance concrete. Cem Concr Res. 2019;115(September 2018):389–400.

7. Attol DH, Mihsen HH, Jaber SA, Alwazni WS, Eesa MT. Synthesis of Organic Functionalized Silica from Rice Husk as an Antibacterial Agents. Silicon. 2023;15(5):2349–57.

8. Kumari M, Singh K, Dhull P, Lohchab RK, Haritash AK. Sustainable Green Approach of Silica Nanoparticle. Nat Environ Pollut Technol. 2023;22(1):477–87.

9. Soleimani Dorcheh A, Abbasi MH. Silica aerogel; synthesis, properties and characterization. J Mater Process Technol. 2008;199(1):10–26.