

Síntese da zeólita MCM-22: Efeito do precursor de sílica

João E K Nauderer^{1*}, José R Gregório^{1*}, Anderson J Schwanke^{1*}

¹Instituto de Química, Laboratório de Reatividade e Catálise, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre 91540-000, RS, Brazil

*Correspondência: joao.krohn@ufrgs.br (J. E. K. Nauderer); jrg@ufrgs.br (J. R. Gregório); anderson.schwanke@ufrgs.br (A. J. Schwanke)

Resumo / Abstract

Resumo: A temática deste projeto tem como a síntese da zeólita MCM-22 com o uso de diferentes fontes de sílica, com foco no estudo da influência destas fontes nas propriedades do material sintetizado. Baseando-se na síntese da MCM-22 como descrito na literatura, comparamos a utilização de LUDOX-HS-40 ou de sílica amorfa em pó na etapa de adição da fonte de sílica, ambas em mesma proporção. Através destas sínteses, foi verificado — via análise de fisissorção de N₂ — que a mudança na fonte da sílica interfere na área externa da zeólita. Tal zeólita, quando sintetizada com LUDOX, apresenta maior área externa, o que pode ser justificado por partir-se de uma solução coloidal de sílica, cujas partículas possuem tamanho significativamente menor em comparação à sílica amorfa em pó.

Palavras-chave: zeólita, MCM-22, LUDOX-HS-40, sílica amorfa em pó.

Abstract: This study investigates the synthesis of MCM-22 zeolite using two different silica sources, aiming to assess how each source influences the properties of the synthesized material. Following synthesis protocols described in the literature, either LUDOX-HS-40 or amorphous silica powder was used during the silica addition stage, both in the same proportion. From these syntheses, it was observed—through nitrogen physisorption analysis—that the change in the silica source affects the external area of the zeolite. When synthesized with LUDOX, the material exhibited a larger external area, which is attributed to the colloidal nature of LUDOX, whose silica particles are significantly smaller than those of amorphous silica powder.

Keywords: zeolite, MCM-22, LUDOX-HS-40, amorphous silica powder.

Introdução

Zeólitas são minerais de ocorrência natural que podem ser obtidos sinteticamente em laboratório como estruturas cristalinas bem definidas (1). Sua estrutura é cristalina, sendo composta majoritariamente por átomos de silício ou alumínio ligados a átomos de oxigênio em um encadeamento molecular tetraédrico tipo TO₄ (T sendo o átomo de silício ou de alumínio). Nesta cadeia, a forma como as ligações dos átomos de oxigênio se organizam no cristal pode gerar estruturas secundárias de construção. Eventualmente estas se agrupam em unidades poliédricas, também conhecidas por cavidades.

A zeólita MCM-22 (família MWW) apresenta uma estrutura lamelar com 2,5 nm de espessura, caracterizada por um sistema de poros bidirecional que inclui canais sinusoidais de 10-MR e hemicavidades de 12-MR. Além disso, apresenta alta cristalinidade quando sintetizada a uma razão molar Si/Al entre 15 e 70, sendo 20 o valor mais comum (2).

Experimental

Preparação da MCM-22

Para a síntese, foram preparadas duas soluções compostas em cada uma de 0,165 g de hidróxido de sódio (NaOH), 0,266 g de aluminato de sódio (NaAlO₂) e 28,333 g de água deionizada. A solução ficou em agitação vigorosa por 1 h e, após esse período, foram adicionados na formulação 1 5,295 g de solução coloidal de sílica (LUDOX-HS-40) e 2,1205 g de sílica amorfa em pó (SiO₂) com 3,1748 g de água deionizada na formulação 2. Ambas as soluções foram então postas em agitação vigorosa por tempo superior à 12 h (overnight). Após este processo, adicionou-se 1,783 g de direcionador de estrutura Hexametilenimina (HMI) em cada solução, sendo mantida a agitação por 30 minutos, transferindo posteriormente para autoclaves e finalmente levando a uma estufa. Inicialmente as amostras ficaram estáticas nesta estufa por 24 h a 70 °C, posteriormente sendo alterados os parâmetros de temperatura para 150 °C e dispostas em rotação ajustada para 60 rpm por um período de 7 dias. Ao final do tempo em estufa, tais amostras foram filtradas e lavadas com água deionizada, seguido de uma secagem à 60 °C (overnight). O direcionador de estrutura foi removido por calcinação ao ar em mufla com temperatura inicial de 30 °C, aumento para 150 °C (durante 120 minutos), manutenção por 150 minutos, aumento para 350

°C (durante 90 minutos), manutenção por 180 minutos, aumento para 580 °C (durante 300 minutos), manutenção por 180 minutos e redução para temperatura ambiente. Na figura 1 é representado o esquema do programa de calcinação. O procedimento de preparação das amostras foi semelhante ao descrito na referência (3).

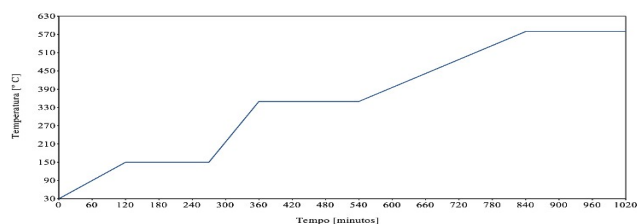


Figura 1: Programa de calcinação ao ar utilizado em mufla

Caracterização

Os produtos sintetizados foram caracterizados por difração de raios X e por meio de comparação com uma base de dados disponibilizada pela International Zeolite Association (IZA). Em sequência, foi realizada a análise de fisssorção de N₂ a fim de determinar a área externa dos cristais formados na amostra sintetizada via LUDOX-HS-40 e na sintetizada via sílica amorfa em pó.

Resultados e Discussão

Caracterização

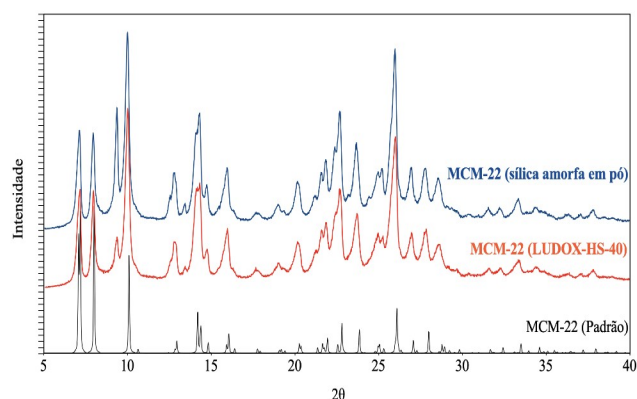


Figura 2: Resultados da análise de difração de raios X (DRX).

A figura 2 mostra a análise de DRX, confirmando a síntese da MCM-22 ao comparar com o padrão da mesma (4). Nota-se também possível presença de Ferrierita (zeólita concorrente da objetivada) devido aos picos em

9,3° e 13,4° associados à fase ferrierita (5), como pode ser observado na figura 3. Pela análise de fisssorção de N₂, foi observado que a amostra sintetizada via LUDOX-HS-40 apresentou maior área externa, como apresentado na tabela 1, o que pode ser justificado por tal composto ser uma solução coloidal de sílica, cujas partículas possuem tamanho significativamente menor em comparação à sílica amorfa em pó.

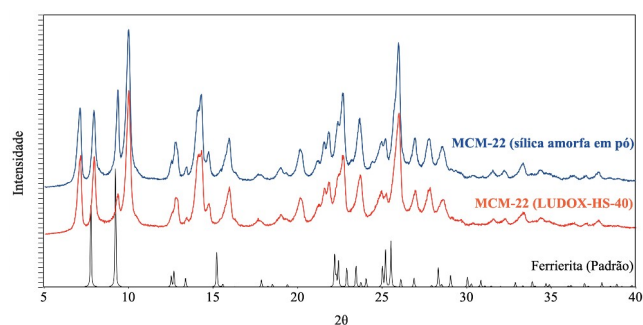


Figura 3: Identificação de Ferrierita nas amostras sintetizadas

Tabela 1: Resultados da análise de fisssorção de N₂

Amostra	Área externa (m ² g ⁻¹)
MCM-22 (LUDOX-HS-40)	103,9299
MCM-22 (sílica amorfa em pó)	86,0042

Referências

- (1) A. J. Schwanke; R. Balzer; S. Pergher in *Handbook of Ecomaterials*, L. M. T. Martínez et al., Eds.; Springer International Publishing, **2017**; Vol. 1, 1-22.
- (2) A. Schwanke; S. Pergher, *Appl. Sci.* **2018**, 8, 1636, 1-15
- (3) X. Yin; N. Chu; J. Yang; J. Wang; Z. Li. *Catalysis Communication.* **2013**, 43, 218-222.
- (4) International Zeolite Association, *MWW Framework Type Code*, **2017**.
- (5) International Zeolite Association, *FER Framework Type Code*, **2017**.