

Síntese de Zeólita LTA a partir de resíduo de β -Espodumênio por Micro-ondas: em direção a aluminossilicatos sustentáveis

Antonia L. S. do Nascimento¹, Tiago A. de Oliveira^{1*}, Maria E. C. Lopes¹, Leonardo L. dos Santos², Anne G. D. dos Santos³, Sibebe B. C. Pergher³

*tandre132016@gmail.com; Universidade do Estado do Rio Grande do Norte (UERN).

Resumo/Abstract

RESUMO - As indústrias de extração de lítio geram grandes volumes de resíduos, frequentemente descartados em barragens, o que contribui para impactos ambientais significativos. Esses resíduos, provenientes do processamento do β -espodumênio, são ricos em silício e alumínio. Nesse cenário, a síntese de zeólitas a partir desses subprodutos surge como uma alternativa ambientalmente promissora. Este trabalho teve como objetivo investigar a digestão alcalina do resíduo silicoaluminoso em sistema de aquecimento por micro-ondas, visando à obtenção de zeólita LTA. Os materiais foram caracterizados por difração e fluorescência de raios X (FRX e DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). O resíduo apresentou predominantemente silício e alumínio em sua composição, com presença de fases cristalinas como β -espodumênio, quartzo, albita e óxido de alumínio. Morfologicamente, os cristais se mostraram prismáticos, alongados e com faces planas e estriadas. Dentre as condições testadas, a de 750 W por 4 horas favoreceu majoritariamente a formação da zeólita LTA, que apresentou morfologia cúbica com faces alongadas. Assim, o estudo comprova a viabilidade do uso desse resíduo na síntese da zeólita LTA, evidenciando seu potencial como uma solução economicamente viável e ambientalmente sustentável.

Palavras-chave: Resíduo silicoaluminoso, Digestão alcalina assistida por micro-ondas, Zeólita LTA.

ABSTRACT - Lithium extraction industries generate large volumes of waste, which are often disposed of in tailings dams, contributing to significant environmental impacts. These residues, derived from β -spodumene processing, are rich in silicon and aluminum. In this context, the synthesis of zeolites from such by-products emerges as a promising environmental alternative. This study aimed to investigate the alkaline digestion of a silicoaluminous residue using a microwave heating system to obtain LTA zeolite. The materials were characterized by X-ray fluorescence and diffraction (XRF and XRD) and scanning electron microscopy (SEM). The residue predominantly consisted of silicon and aluminum, with crystalline phases such as β -spodumene, quartz, albite, and aluminum oxide. Morphologically, the crystals were elongated, prismatic, with flat and striated faces. Among the tested conditions, 750 W for 4 hours predominantly favored the formation of LTA zeolite, which exhibited a cubic morphology with elongated faces. Therefore, the study demonstrates the feasibility of using this residue in the synthesis of LTA zeolite, highlighting its potential as an economically viable and environmentally sustainable alternative.

Keywords: Silicoaluminous residue, Microwave-assisted alkaline digestion, LTA zeolite.

Introdução

Estima-se que, para cada tonelada de lítio extraída, sejam geradas aproximadamente dez toneladas de resíduos sólidos, os quais representam um passivo ambiental significativo [1]. Esses resíduos contêm elementos como Ca, Al, Si e Na, que podem ser aproveitados na síntese de zeólitas do tipo LTA – aluminossilicatos cristalinos compostos principalmente por O, Si e Al [1, 2].

Dentre os métodos empregados para a solubilização desses materiais, destaca-se a digestão alcalina assistida por micro-ondas (DAAM), devido à sua eficiência térmica e à interação eficaz com dipolos moleculares [1]. Nesse contexto, o presente estudo investiga a viabilidade do uso de resíduo do processamento de β -espodumênio na síntese de zeólita LTA, utilizando DAAM.

Experimental

Preparou-se uma solução de hidróxido de sódio 0,7 mol.L⁻¹, que foi dividida em dois volumes iguais, denominados solução A e solução B. À solução A, adicionaram-se aluminato de sódio e água destilada; à solução B, o resíduo silicoaluminoso e água destilada. Antes da mistura, a solução B foi submetida à digestão alcalina assistida por micro-ondas, operando nas potências de 500 e 750 W por 2 horas, sob sistema de refluxo. Após esse processo, as soluções A e B foram combinadas e submetidas a tratamento hidrotérmico a 100 °C por 4, 6 e 8 horas.

Resultados e Discussão

Caracterização do resíduo silicoaluminoso

De acordo com FRX, o resíduo apresenta composição majoritária de silício (74,38%) e alumínio (19,07%), totalizando 93,45% dos elementos detectados. Os 6,55% restantes correspondem a elementos como cálcio (Ca), lítio (Li) e sódio (Na).

Os difratogramas (Figura 1), revelam que o resíduo é composto por uma mistura de fases cristalinas, identificadas como β -espodumênio (ICSD n° 030521), quartzo (ICSD n° 062404), albita (ICSD n° 036279) e óxido de alumínio (COD n° 100017).

Na Figura 1, observa-se a formação da zeólita LTA em todas as condições experimentais avaliadas, conforme evidenciado pelas reflexões cristalográficas características, de acordo com o banco de dados da International Zeolite Association (IZA). Os difratogramas mostram picos estreitos e bem definidos, indicando elevado grau de cristalinidade. Também foram identificadas fases residuais não reagidas e reflexões atribuídas à zeólita do tipo sodalita (SOD) sugerindo a ocorrência de fases secundárias.

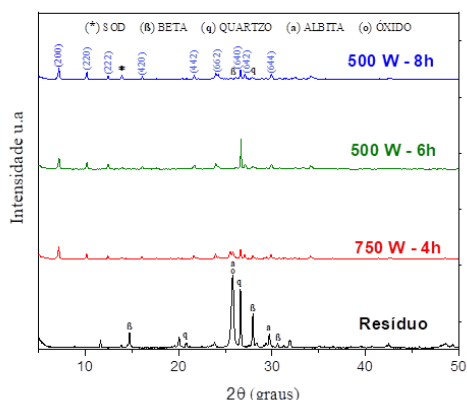


Figura 1 : DRX do resíduo e dos materiais obtidos após digestão por 2 h nas potências de 500 e 750 w, em diferentes tempos de tratamento hidrotérmico.

Conforme ilustrado na Figura 2, o β -espodumênio apresenta morfologia prismática alongada, com faces planas e estriadas, características típicas desse mineral [1]. A análise por EDS confirma que o material é uma fonte significativa de silício (Si) e alumínio (Al), apresentando uma razão Si/Al entre 2,9 e 3,2, o que demonstra a consistência composicional do resíduo, independentemente de sua procedência.

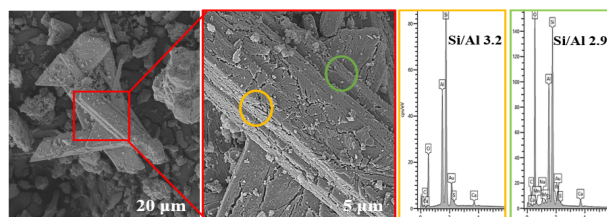


Figura 2 – Imagens de MEV e espectros de EDS do resíduo.

As micrografias obtidas por MEV (Figura 3) revelam a formação predominante da zeólita LTA, com morfologia cúbica e faces alongadas. Os cristais apresentaram tamanho médio de aproximadamente 0,72 μm [3]. A condição de 700 W por 4 horas favoreceu majoritariamente a formação da zeólita LTA, enquanto nas demais condições observou-se a presença de fases não reagidas, indicando menor eficiência na conversão do resíduo.

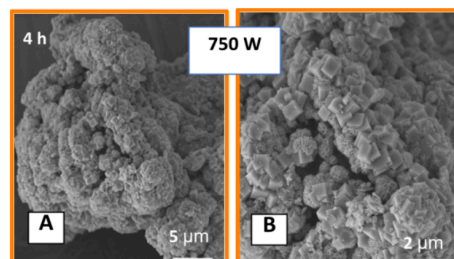


Figura 3 - MEV do material obtido na condição de 750 W por 4 h.

Conclusões

Conclui-se que a zeólita LTA foi obtida em todas as condições experimentais avaliadas, sendo a síntese mais eficiente nas condições de menor tempo de digestão e maior potência de micro-ondas. Além de demonstrar elevada eficácia na conversão do resíduo, o processo mostrou-se ambientalmente promissor, representando uma alternativa sustentável e economicamente viável para o reaproveitamento de resíduos ricos em silício e alumínio. Os resultados reforçam o potencial da digestão alcalina assistida por micro-ondas como rota tecnológica eficiente para a síntese de materiais zeolíticos a partir de resíduos do processamento de β -espodumênio.

Agradecimentos

Ao CNPq, ao LACAM e ao LABPEMOL.

Referências

1. Han, G., Gu, D., Lin, G., Cui, Q., & Wang, H. *Hydrometallurgy* **2018**, 177, 109–115;
2. M. Anbia; E. Koohsaryan; A. Borhani, *Mater. Chem. Phys.* **2017**, 193, 380-390;
3. Rozhkovskaya, Rajapakse, Millar. *Journal of environmental chemical engineering*. 2021, p. 104751.