

Influência do aumento da temperatura de cristalização na redução do tempo de obtenção da zeólita RHO.

Fátima M. B. N. Frota^{1*}, Sibele B. C. Pergher¹, Lindiane Bieseki¹

¹Laboratório de Peneiras Moleculares, Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Avenida Senador Salgado Filho, 3000, Natal/RN, Brasil – fatima.frota.027@ufrn.edu.br.

Resumo/Abstract (Helvética, tam. 12)

RESUMO – A modificação nos parâmetros de síntese de materiais zeolíticos levam a obtenção de diferentes estruturas e novas rotas de síntese para materiais já conhecidos. Tendo em vista o uso de zeólitas na indústria e a necessidade de fabricação em larga escala, são estudados métodos para otimizar a síntese de modo a reduzir os custos com reagentes e o gasto energético. A zeólita RHO é um material com estudos em ascensão devido, entre outras características, à sua flexibilidade. Porém, são necessários mais de 8 dias para obtê-la. Neste estudo inicial, foi avaliado o tempo de obtenção da zeólita RHO ao aumentar a sua temperatura de síntese de 110°C para 150°C. Os materiais foram caracterizados por difração de raios X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). A zeólita RHO foi obtida em 12 h, porém com a presença da fase CHA.

Palavras-chave: zeólita, RHO, otimização, temperatura de cristalização.

ABSTRACT - Modifying the synthesis parameters of zeolitic materials provokes to the production of different structures and new synthesis routes for existing materials. Given the use of zeolites in industry and the need for large-scale manufacturing, methods are being studied to optimize synthesis to reduce reagent costs and energy expenditure. Zeolite RHO is a material undergoing increasing research due to, among other characteristics, its flexibility. However, it takes more than eight days to obtain it. In this initial study, the time to obtain zeolite RHO was evaluated by increasing its synthesis temperature from 110°C to 150°C. The materials were characterized by X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM). Zeolite RHO was obtained in 12 h, but with the presence of the CHA phase.

Keywords: zeolite, RHO, optimization, crystallization temperature.

Introdução

As zeólitas são materiais microporosos cristalinos, cujas estruturas e composições químicas garantem a elas propriedades de grande interesse industrial, como alta área específica, elevadas capacidades de troca iônica, de adsorção e catalítica e seletividade molecular (1-7).

O método mais comum de síntese de zeólitas é o método hidrotérmico, no qual o gel de síntese é submetido à cristalização em autoclave a temperatura de até 200°C. Sendo o tempo e a temperatura parâmetros de grande influência nas características das zeólitas (6).

Apesar de as propriedades desses materiais serem de grande valor, o custo para obtê-los é alto e, geralmente, as sínteses têm baixo rendimento, dificultando o processo de produção em larga escala (6,7). A zeólita RHO é um exemplo, pois além das propriedades já mencionadas, ela tem a característica de ser um material flexível, mas o seu processo de síntese conta com oito dias de cristalização (1).

Tendo em vista o grande potencial de aplicabilidade da zeólita RHO, este trabalho tem como objetivo acelerar a obtenção dela por meio do aumento na temperatura de cristalização.

Experimental

O método de obtenção do gel de síntese para o estudo da otimização da zeólita RHO foi realizado de acordo com o

descrito na referência (3). Para a obtenção do material de referência a cristalização seguiu a temperatura de 110°C e o tempo de 8 dias, já para o estudo da otimização o gel de síntese foi dividido em autoclaves de aço com funda de teflon e submetido à cristalização em estufa a 150°C, sem agitação, por tempos de 6h e 12h. No final de cada tempo, o material foi filtrado e lavado até atingir pH ≤ 8, seco a 60°C *overnight* e caracterizado.

Resultados e Discussão

A Figura 1 apresenta os difratogramas de raios X da RHO sintetizada pelo método padrão (nomenclatura: Padrão) e dos materiais obtidos em 6 e 12 horas de cristalização (nomenclatura: 150 6h e 150 12 h, respectivamente). Observa-se que em 6 horas (150 6 h) já há indícios de alguns picos referentes à zeólita RHO, porém, são pouco intensos, o que significa que a cristalinidade está no início. O difratograma do material obtido em 12 horas (150 12 h) é semelhante ao obtido para a Padrão e apresenta os picos muito mais intensos, indicando o sucesso na obtenção da zeólita RHO (1-7). No entanto, em ambos os materiais sintetizados na temperatura de 150°C, há a presença de uma segunda fase, identificada como a fase da zeólita chabazita (CHA) (8).

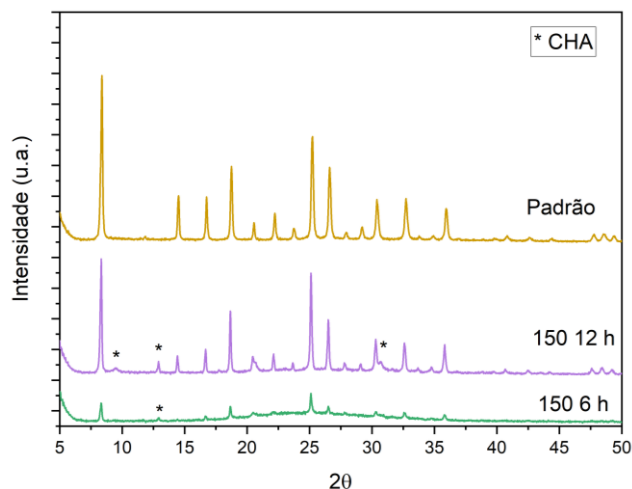


Figura 1. Difratogramas de raios X das amostras 150 6 h, 150 12 h e Padrão.

Na figura 2 (a – e) são apresentadas as microscopias eletrônicas de varredura das amostras Padrão, 150 6 h e 150 12 h em ampliações de 20 mil, 50 mil e 100 mil vezes. Nota-se que sem 6 horas, figuras 2(a) e 2(b), ainda há material amorfo e os cristais não estão bem formados, apresentando rugosidade em suas faces. Já em 12 horas, figuras 2(c) e 2(d), o material está bem formado, com faces lisas, tendo apenas os poros como textura e a presença de material amorfo teve redução significativa quando comparado ao material obtido em 6 horas. Nas microscopias dos materiais 150 6 h e 150 12 h também é possível ver a fase chabazita em sua morfologia de flor do deserto. As figuras 2(e) e 2(f) mostram as microscopias da amostra Padrão, que se assemelha ao esperado para a zeólita RHO (1-8).

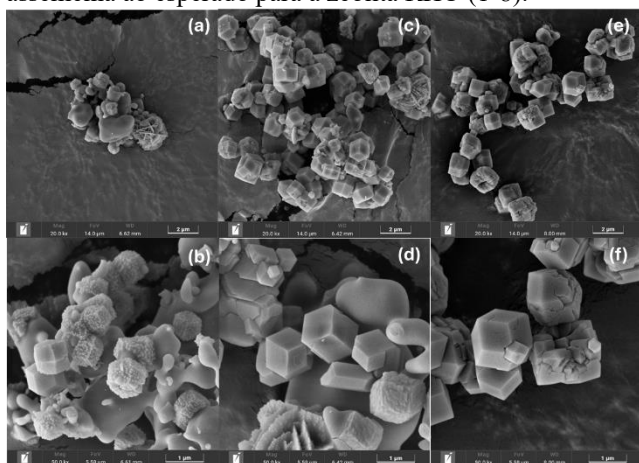


Figura 2. Imagens de MEV da amostra 150 6 h em ampliações de (a) 20 mil vezes e (b) 50 mil vezes; da amostra 150 12 h em ampliações de (c) 20 mil vezes e (d) 50 mil vezes e da amostra Padrão em ampliações de (e) 20 mil vezes e (f) 50 mil vezes.

Conclusões

Com os resultados obtidos até o momento, conclui-se que o aumento da temperatura de cristalização da zeólita RHO de 110°C para 150°C acelera o processo de obtenção dessa zeólita, otimizando o tempo de 8 dias para 12 horas. No entanto, não é obtida a RHO pura, ocorre a formação da fase CHA. Assim, se faz preciso a continuação do estudo de otimização para obter a fase pura. Além disso, outras caracterizações são necessárias para averiguar se as propriedades do material otimizado se assemelham ao material padrão, como área específica, adsorção e conversão de gases, como o CO₂.

Agradecimentos

Programa de Recursos Humanos da Agência Nacional de Petróleo (PRH – ANP 32.1). Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM). Laboratório de Peneiras Moleculares (LABPEMOL).

Referências

1. E. B. Clatworthy, A. A. Paecklar, E. Dib, M. Debost, N. Barrier, P. Boullay, J-P. Gilson, N. Nesterenko and S. Mintova. *ACS Applied Energy Materials* **2022** 5 (5), 6032-6042.
2. X. Ren, R. Qu, S. Liu, H. Zhao, W. Wu, H. Song, C. Zheng, X. Wu and X. Gao. *Aerosol and Air Quality Research* **2020**, 20 (5), 1127–1144.
3. S. Araki, Y. Kiyohara, S. Tanaka and Y. Miyake. *Journal of Colloid and Interface Science* **2012**, 376 (1), 28–33.
4. S-F. Mousavi, M. Jafari, M. Kazemimoghadam and T. Mohammadi. *Ceramics International* **2013**, 39 (6), 7149–7158.
5. D. Masih, H. Imai, T. Yokoi, J.N. Kondo, and T. Tatsumi. *Catalysis Communications* **2013**, 37, 1–4.
6. Q. Ke, T. Sun, H. Cheng, X. Wei, Y. Guo, S. Zhao, S. Zeng, and Shudong Wang. *Industrial & Engineering Chemistry Research* **2018** 57 (49), 16763-16771.
7. Q. Ke, T. Sun, X. Wei, Y. Guo, S. Xu and S. Wang. *Chemical Engineering Journal* **2019**, 359, 344–353.
8. M. Park, S.H. Kim, N.H. Heo et al. *J. Porous Mater* **1996**, 3, 151–155.