

MODIFICAÇÃO PÓS-SÍNTESE DA ZEÓLITA X PELA IMPREGNAÇÃO DE MAGNÉSIO

*M. L. P. Silva*¹, *Y. C. Silva*², *M. G. F. Rodrigues*³

¹Universidade Federal de Campina grande/Departamento de Engenharia Química, Rua Aprígio Veloso 882 Bodocongó – Campina Grande PB cep – 58109-970, marlipersi@yahoo.com.br (Bolsista do CNPq – Brasil)

²Universidade Federal de Campina grande/Laboratório de Processamento de Produtos Agrícolas, Rua Aprígio Veloso 882 Bodocongó – Campina Grande PB cep – 58109-970, yvson77@yahoo.es

³Universidade Federal de Campina grande/Departamento de Engenharia Química, Rua Aprígio Veloso 882 Bodocongó – Campina Grande PB cep – 58109-970, meiry@deq.ufcg.edu.br

Palavras-chave: Zeólita X, Magnésio, Síntese, Caracterização.

Área do Conhecimento: catálise

Resumo- A zeólita X é um aluminossilicato pertencente a família das Faujasitas, e tem sido amplamente estudada devido a sua grande abertura de poro que permite a passagem seletiva de compostos maiores. Recentemente estudos têm apontado este material como promissor no que diz respeito a catálise básica, sendo este um ramo ainda pouco explorado da catálise. Neste trabalho foi sintetizada a zeólita X e em seguida a mesma foi modificada pela impregnação de magnésio, a partir de uma solução de Nitrato de Magnésio, visando a obtenção da zeólita X modificada com óxido de Magnésio. Tanto a zeólita X como, o catalisador MgO-X, foram caracterizados segundo as técnicas: Difração de Raios-X (DRX) e Análise Química por EDX.

Introdução

Zeólitas são silicatos complexos de sódio e alumínio com estrutura polimérica microcristalina, cujas composições lembram de alguma forma a dos feldspatos e, como estes, estão formados em cadeias constituídas de anéis tetraédricos de SiO₄ e AlO₄. As cadeias, ligadas pelos cátions intersticiais, como sódio, potássio, cálcio e magnésio, formam uma estrutura aberta, com grandes canais, nos quais a água e outras moléculas podem se alojar facilmente [1].

As zeólitas básicas podem ser preparadas por simples troca iônica com cátions, como também por impregnação com óxidos [2 – 3]. A obstrução dos canais da zeólita por óxidos de metais alcalinos via decomposição do sal do metal impregnado promove o aumento na basicidade destes materiais. As espécies suportadas são geralmente introduzidas através da impregnação úmida de uma solução contendo o precursor diluído, nos poros da zeólita. A calcinação decompõe os compostos que estão obstruindo e forma o óxido de metal alcalino suportado [4].

As zeólitas MgO/NaX foram modificadas e testadas na metilação oxidativa do tolueno com metano e verificaram que a zeólita modificada apresenta seletividade de 50% e rendimento de 5,8%, ao passo que a zeólita NaX (não modificada) apresenta para estes mesmos pontos valores de 30% e 2.7% respectivamente [5]. O principal objetivo deste trabalho foi sintetizar a

zeólita X e investigar as suas propriedades estruturais após a modificação por impregnação com nitrato de magnésio.

Materiais e Métodos

Preparação da mistura reacional- Foram preparadas duas soluções para a síntese da zeólita X: solução 1 (Hidróxido de Sódio + Aluminato de Sódio + Água Destilada), e solução 2 (Hidróxido de Sódio + Silicato de Sódio + Água Destilada).

Adicionou-se a solução de aluminato de sódio sobre a de hidróxido de sódio que se encontrava em um béquer, sob agitação. Em seguida acrescentou-se a solução do hidróxido de sódio + silicato de sódio (solução 2), lentamente. O gel formado permaneceu sob agitação intensa até completa homogeneização por um período de 15 minutos. Após este período o gel foi colocado em béckers de teflon e em autoclaves para que ocorresse a cristalização

Cristalização da mistura reacional

A cristalização da zeólita foi realizada em estufa a 95 °C, por um período de 16 horas. As autoclaves foram levadas à estufa quando a temperatura já tinha tingido os 95 °C.

Lavagem e secagem

Após a etapa de cristalização, as autoclaves foram resfriadas em água corrente. O conteúdo dos recipientes de teflon foram filtrados a vácuo e lavados com água destilada a quente até o

efluente atingir um pH neutro. O sólido resultante (zeólita) foi seco em estufa a 110°C, por um período de 4 horas.

Impregnação

Para o teor de Magnésio desejado (5%) em massa, a zeólita era colocada em um bêquer e submetida a agitação a 80°C. Após a agitação por um período de 1 hora, deixou-se evaporar e a amostra foi levada a estufa a uma temperatura de 110°C por um período de 4 horas.

Resultados

A figura 1 mostra o resultado de difração de Raio-X da zeólita X sintetizada no Laboratório de Novos Materiais do DEQ/UFCG.

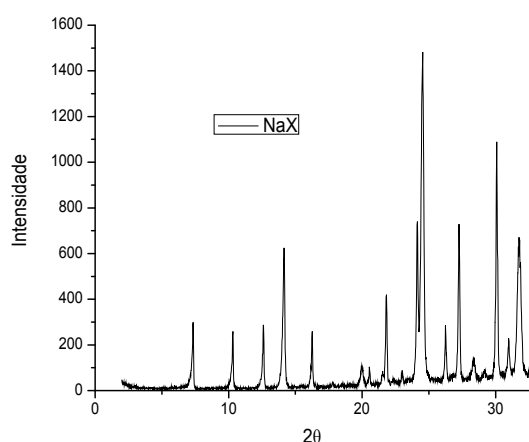


Figura 1: Difratograma da zeólita X sintetizada.

A figura 2 mostra o resultado de difração de Raio-X da zeólita X modificada com Nitrato de Magnésio.

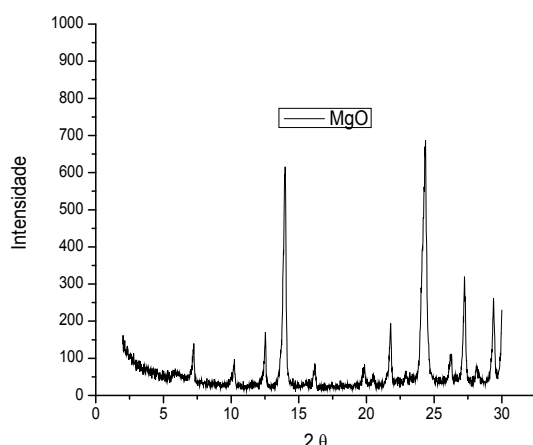


Figura 2: Difratograma da zeólita X modificada com Nitrato de Magnésio.

A tabela 1 apresenta os resultados obtidos através da análise química por EDX da zeólita X

sintetizada e da zeólita X modificada com Nitrato de Magnésio.

Tabela 1 – Resultados da Análise Química para a zeólita X sintetizada e da zeólita X modificada com Nitrato de Magnésio.

| Elemento | NaX (%) | MgO/NaX (%) |
|--------------------------------|---------|-------------|
| Al ₂ O ₃ | 44,953 | 42,917 |
| SiO ₂ | 34,354 | 34,863 |
| Na ₂ O | 20,350 | 15,395 |
| CaO | 0,143 | 0,182 |
| SO ₃ | 0,094 | - |
| Fe ₂ O ₃ | 0,059 | 0,070 |
| CuO | 0,047 | 0,059 |
| MgO | - | 6,513 |

Discussão

Observa-se através do difratograma apresentado na figura 1 a presença dos picos característicos da zeólita X, comparados com o difratograma padrão disponível no Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites [6].

Através do difratograma da figura 2 verifica-se que a impregnação do óxido de magnésio na zeólita não ocasionou a destruição da sua estrutura, implicando apenas na diminuição da intensidade dos picos característicos, resultado semelhante ao obtido por [5], que atribuiu ao efeito do óxido de magnésio na estrutura da zeólita, sendo que este efeito estaria relacionado com a localização do óxido de magnésio nos canais da mesma e quanto menor o teor de MgO impregnado, mais preservada ficara a estrutura da zeólita.

Os resultados obtidos através da análise química por EDX comprovam a presença do óxido de magnésio na zeólita modificada, ausente na amostra sintetizada. A presença do MgO evidencia a decomposição dos íons nitratos durante a calcinação produzindo óxido de magnésio suportado, como citado pela literatura.

Conclusão

Com base nos resultados pode-se concluir que a zeólita X foi obtida através da metodologia de síntese empregada, que a impregnação de óxido de magnésio não comprometeu a estrutura do material zeolítico, causando apenas a diminuição dos picos característicos como encontrado na literatura e que o sal precursor do metal foi decomposto com a calcinação.

Referências

[1]JEWER, S. S., "Structural Analysis by Infrared Spectroscopy", Zeolite Chemistry, v. 2, p. 80-117, 1985.

[2] J. Xie, M. Huang, S. Kaliaguine, *react. Kinet. Catal. Lett.* 58 (1996) 217.

[3] P. E. Hathaway, M. E. Davis, *Journal of Catalysis* 116 (1989) 263.

[4] Robert J. Davis, *Journal of Catalysis* 216 (2003) 396-405.

[5] P. Kovacheva, K. Aristirova, S. Vassile, *Applied Catalysis A: General* 210 (2001) 391-395.

[6] Database of Zeolite Structures, internet site address:
<http://topaz.ethz.ch/IZA-SC/XRDpatterns.htm>