

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE CATALISADORES PELA IMPREGNAÇÃO DE BÁRIO EM ZEÓLITA X

*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, Bário, Síntese, Caracterização.

Área do Conhecimento: Engenharia

Resumo-Durante muito tempo só se ouviu falar em catalisadores sólidos de caráter ácido, as reações que necessitam de um meio básico utilizavam catalisadores na forma líquida, no entanto recentemente, estudos têm mostrado que podem ser obtidos catalisadores sólidos básicos pela troca iônica ou impregnação de materiais básicos em sua estrutura. Neste trabalho foi sintetizada a zeólita X e em seguida, a mesma foi modificada pela impregnação de bário, a partir de uma solução de Nitrato de Bário, visando a obtenção da zeólita X modificada com óxido de Bário. Tanto a zeólita X como, o catalisador BaO/NaX, foram caracterizados segundo as técnicas: Difração de Raios-X (DRX) e Análise Química por EDX.

Introdução

As zeólitas são sólidos cristalinos, compostos por aluminossilicatos hidratados de elementos dos grupos I e II da tabela periódica, em particular, sódio, potássio, magnésio, cálcio e estrôncio.

Estruturalmente as zeólitas se caracterizam pela presença de microporos, ou seja, sua estrutura cristalina comporta poros e vazios com dimensões que variam de 3 a 10 Å, tamanho suficiente para permitir a difusão de moléculas. As zeólitas têm sido extensivamente utilizadas em processos químicos e físicos, como em separação de gases e catálise heterogênea [1 - 2].

As vantagens das zeólitas e materiais zeolíticos estão associadas com suas características, tais como, estrutura cristalina única, várias estruturas disponíveis, controle da geometria estrutural e composição, modificação com íons metálicos, óxidos e complexos. Estas vantagens estão sendo largamente exploradas em reações catalíticas ácidas e recentemente, estes estudos têm se estendido à catálise básica.

A basicidade da zeólita e dos materiais zeolíticos pode ser favorecida pela introdução de óxidos básicos na sua estrutura e/ou pela mudança na carga eletronegativa da mesma. Kovacheva et al., estudaram a reação de metilação do tolueno com metano visando à obtenção de etilbenzeno e estireno, partindo de

uma série de estruturas zeolíticas X, Y Mordenita, ZSM-5, Silicalita e ALPO₄-5, todas modificadas com BaO. Os resultados de conversão e de seletividade e rendimento de C8 mostraram, que a zeólita BaO/NaX forneceu valores cerca de duas vezes maiores que a BaO/NaY, sendo estas as que apresentaram melhor desempenho [3].

O principal objetivo deste trabalho foi sintetizar a zeólita X e investigar as suas propriedades estruturais após a modificação por impregnação com nitrato de bário.

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 Deionizada), e solução 2 (Hidróxido de Sódio + Silicato de Sódio + Água Deionizada).

Adicionou-se a solução aquosa de aluminato de sódio sobre a de hidróxido de sódio que se encontrava em um béquer, sob agitação, obtendo-se a solução 1. Em seguida acrescentou-se à solução do hidróxido de sódio o silicato de sódio (formando a solução 2), lentamente adicionou-se a solução 2 na solução 1. O gel formado permaneceu sob agitação intensa até completa homogeneização por um período de 15 minutos. Após este período o gel foi colocado em becker de teflon e este em autoclave de aço inox.

Cristalização da mistura reacional

A cristalização da zeólita foi realizada em estufa a 95 °C, por um período de 16 horas. A autoclave foi levada à estufa quando a temperatura da mesma já havia atingido os 95 °C.

Lavagem e secagem

Após a etapa de cristalização, a autoclave foi resfriada em água corrente. O conteúdo do recipiente de teflon foi filtrado a vácuo e lavado com água destilada à 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 Bário desejado, (5%) em massa, a zeólita foi colocada em um béquer juntamente com a solução de nitrato de bário e submetida à agitação por um período de 1 hora, a temperatura de 80°C. Após a agitação, deixou-se evaporar a fase líquida e a amostra foi levada à estufa a uma temperatura de 110°C por um período de 4 horas. E posteriormente calcinada visando a transformação do BaNO₃ em BaO, por decomposição dos íons nitratos.

Resultados

A figura 1 mostra o resultado de difração de Raios-X da zeólita X sintetizada (NaX) no Laboratório de Novos Materiais do DEQ/UFMG.

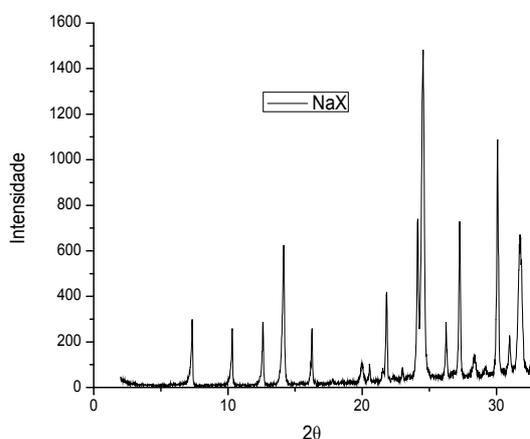


Figura 1: Difratograma da zeólita X sintetizada.

A figura 2 mostra o resultado de difração de Raios-X da zeólita X modificada com Nitrato de Bário (BaO/NaX).

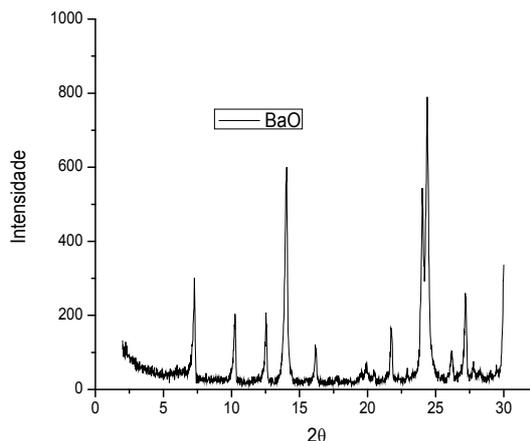


Figura 2: Difratograma da zeólita X modificada com Nitrato de Bário.

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 Bário.

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

Elemento	NaX (%)	BaO/NaX (%)
Al ₂ O ₃	44,953	42,656
SiO ₂	34,354	32,506
Na ₂ O	20,350	19,010
CaO	0,143	0,112
SO ₃	0,094	-
Fe ₂ O ₃	0,059	0,056
CuO	0,047	0,041
BaO	-	5,619

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 [4].

Através da figura 2 pode-se observar que a impregnação do óxido de bário na zeólita não ocasionou a destruição da estrutura da zeólita X, implicando apenas na diminuição da intensidade dos picos característicos, resultado semelhante ao obtido por [3], que atribuiu à forte interação do bário com os tetraedros da zeólita, sendo que esta interação aumenta com o aumento no teor de bário.

Os resultados obtidos através da análise química por EDX comprovam a presença do óxido de bário na zeólita modificada, ausente na amostra sintetizada, e portanto verifica-se a

decomposição dos íons nitratos durante a calcinação produzindo óxido de bário suportado.

Conclusão

De acordo com os resultados obtidos pode-se concluir que a síntese forneceu a zeólita X, material desejado, que a impregnação de óxido de bário não destruiu a estrutura do material zeolítico, e que o sal precursor do metal foi decomposto com a calcinação formando o óxido de bário.

Referências

[1] Breck, Donald W., Zeolite Molecular Sieves: Structure, Chemistry and Use, Jhon Wiley & Sons, 771, 1974.

[2] HSIEH, H.P.; Inorganic membranes for separation and reaction, Ed. Elsevier, USA 1996.

[3] P. Kovacheva, K. Aristirova, S. Vassile, Applied Catalysis A: General 213, p.97-202, 2001.

[4] Database of Zeolite Structures, internet site address:
<http://topaz.ethz.ch/IZA-SC/XRDpatterns.htm>
acessado em 24/07/2004.