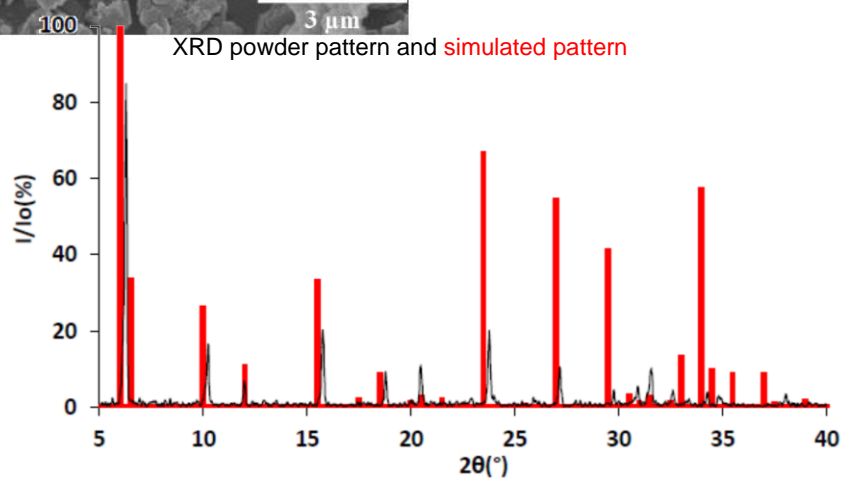
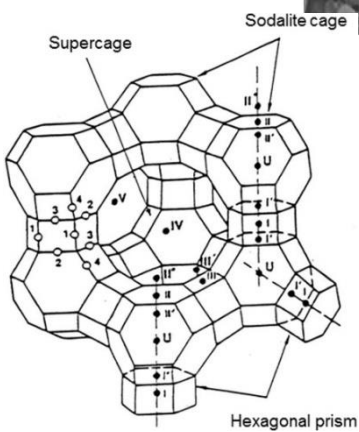
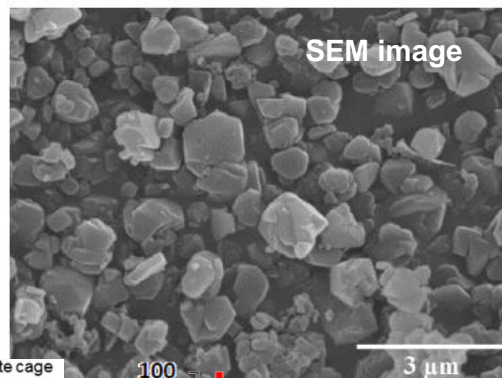


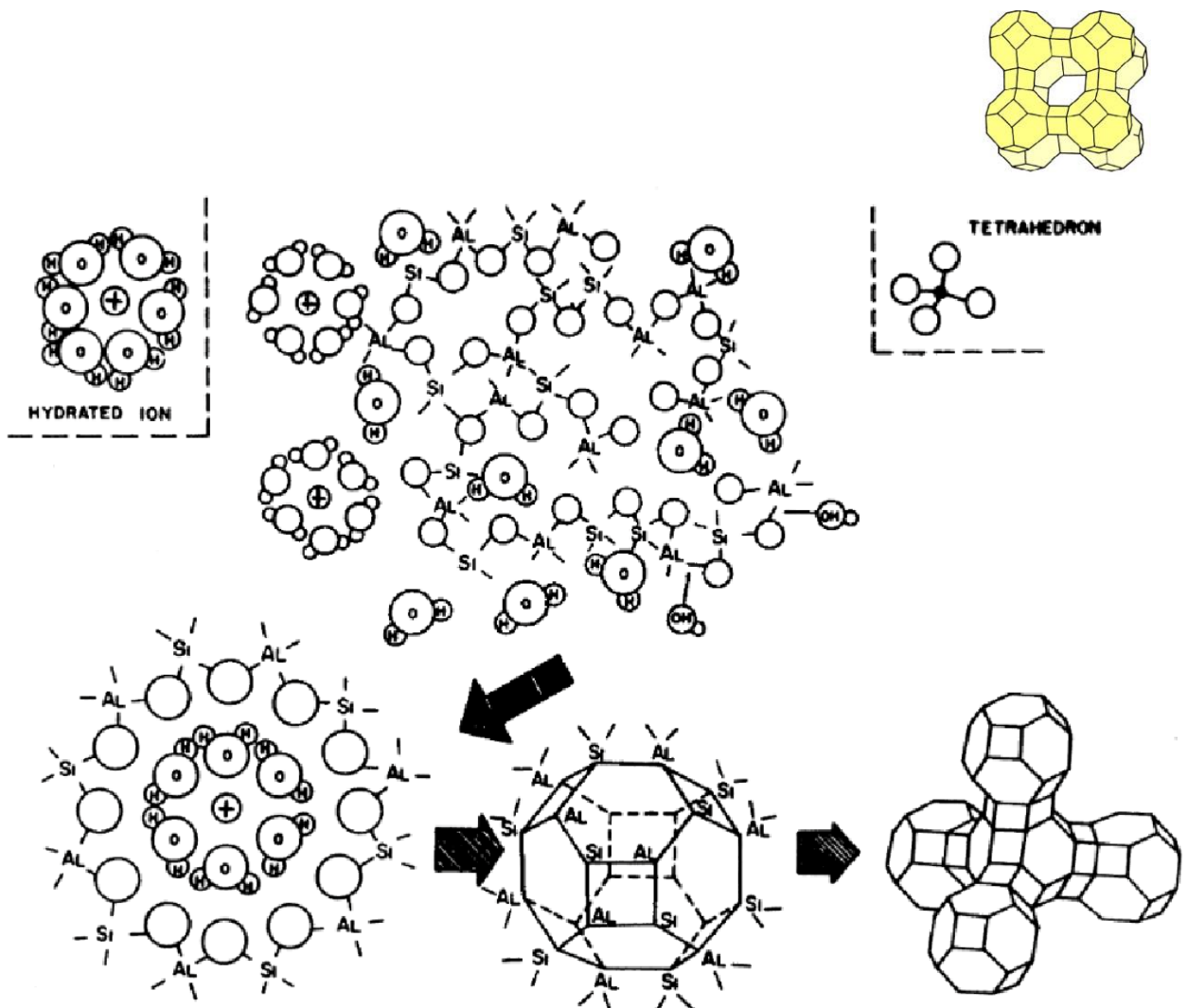
## LEQ III

### Catálise Heterogénea

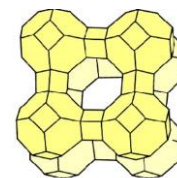
#### SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DO ZEÓLITO Y



IST, 26-fev-21



fonte: [Figure 2.3 from Synthesis of zeolite \(ZSM-5 and Faujasite\) and geopolymer from South African coal fly ash | Semantic Scholar](#)



## Síntese do zeólito Y

(forma sódica: NaY)

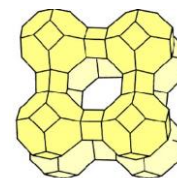
### TÉCNICA EXPERIMENTAL:

**Material** : - banho com termóstato

- placa de agitação
- copos de plástico de 100ml
- *erlenmeyer* plástico 125 ml
- vareta e agitadores de teflon
- kitasato e buchner de vidro

**Reagentes** : - Alumínio metálico

- ácido silícico, seco
- NaOH
- $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$  Para reduzir os impacto ambiental da preparação do zeólito alguns grupos usaram alumínio reciclado de embalagens tetrapack® em vez do alumínio puro.



## **Procedimento:**

### **I - Preparação da solução de Nucleação**

Esta solução envolve a preparação das seguintes soluções:

#### Solução A:

Preparar uma solução contendo 15g de NaOH em 35 g de H<sub>2</sub>O.

Pesar 1,35 g de alumínio metálico e adicionar à solução anterior.

A dissolução deve ser efectuada cuidadosamente na hotte pois a reacção é violenta e podem ocorrer projecções.

#### Solução B:

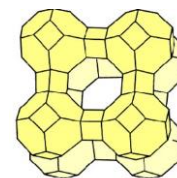
Preparar uma solução contendo 3,9 g de NaOH e 8,75g de H<sub>2</sub>O.

Pesar 3,75 g de ácido silícico seco e adicionar à solução anterior.

Fazer uma toma da solução A correspondente a  $\frac{1}{4}$  da quantidade total ( $\cong 12,84$  g) e adicionar lentamente sobre a solução B.

Transferir a mistura para um *erlenmeyer* rolhado e colocar sob agitação num banho de água à temperatura de  $42 \pm 2^\circ\text{C}$ . Deixar envelhecer durante 90 minutos.

### **II - Preparação do gel de aluminossilicato**



Esta solução envolve a preparação das seguintes soluções:

### Solução C

Pesar 4,02 g de  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$  e adicionar 15,63 g de  $\text{H}_2\text{O}$

### Solução D

Pesar 3,75 g de ácido silícico seco.

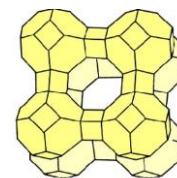
Preparar uma solução contendo 2,0g de NaOH em 9,375 g de  $\text{H}_2\text{O}$  e adicionar ao ácido silícico.


Adicionar lentamente a solução D à solução C, agitando vigorosamente com uma vareta. Filtrar a solução resultante sob vácuo e lavar com água gelada. Transferir para um copo e pesar o precipitado. Adicionar água até perfazer 22,5g.


### **III - Cristalização**


Adicionar lentamente 3,75g de solução de nucleação (A+B) ao gel de aluminossilicato (C+D). Transferir o gel final para um frasco rolhado de polietileno e colocar numa estufa a uma temperatura de  $92 \pm 2^\circ\text{C}$  durante 42 horas.

**Observações:** *Nesta síntese não pode ser utilizado material de vidro, sendo este substituído por material de polietileno ou polipropileno. Todas as soluções devem ser preparadas na hotte, usando luvas de protecção.*



Após a etapa de cristalização o preparado será filtrado e lavado com água quente e finalmente calcinado a 450°C na mufla durante a noite. A amostra calcinada será caracterizada por difracção de raios X, DRX, (métodos dos pós).  .

Os lotes cristalinos preparados pelos diferentes grupos serão misturados (NaY2021) e o produto resultante será permutado com solução de nitrato de amónio de modo a obter HY (HY2021)  .

 Etapa não realizada pelos alunos.

## Teste Catalítico

Isomerização do 1-buteno

(2ª aula)

A- A acidez do zeólito preparado (na forma NaY e HY) será caracterizada recorrendo à reacção modelo de isomerização do 1-buteno.

B- Caracterização da acidez superficial recorrendo a indicadores de Hammett.

### Procedimento:

#### A – Teste catalítico para a isomerização do buteno-1

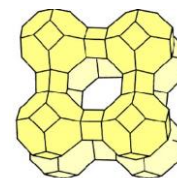
I-Pesar 250mg de zeólito (cada grupo só fará um teste catalítico)

II-Encher o reactor em *pirex* com a amostra de zeólito.

III-Aquecimento do reactor, até a uma temperatura próxima da temperatura de reacção, sob passagem de gás inerte (N<sub>2</sub>).

IV- Introdução do 1-buteno na corrente de gás inerte e início da contagem do tempo de reacção.

V- 7 min após o início da reacção (este intervalo de tempo é necessário para estabilizar



a composição da alimentação ao reactor) iniciar a amostragem por GC do efluente reaccional. Em cada amostragem deve anotar-se o tempo de reacção e a temperatura no reactor.

**VI-** A análise do efluente reaccional deve ser repetida a intervalos regulares, correspondentes ao tempo de uma análise GC ( $\pm 14$  min) até que a área do pico do 1-buteno se mantenha constante.

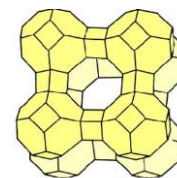
Durante a aula os dados cromatográficos correspondentes à análise do efluente reaccional são introduzidos numa folha Excel que permite o cálculo da conversão e das selectividades de formação de cada produto de reacção.

## **B – Teste de acidez de Hammett**

### **Análise dos resultados: caracterização do zeólito e comportamento catalítico**

As amostras de zeólitos designadas por NaY2021 e HY2021 serão enviadas a laboratórios de análise de modo a serem caracterizadas por técnicas não disponíveis no laboratório de LEQIII: determinação da área específica pelo método BET, difracção de raios X (DRX), espectroscopia de infravermelho (FTIR), microscopia electrónica de varrimento (MEV), microscopia electrónica de transmissão (TEM) e análise térmica diferencial para amostras de zeólito após reacção (TG-DTA).

Durante a aula serão analisados os resultados de caracterização das técnicas acima mencionadas.



## **Estrutura do relatório (ficheiro pdf):**

**Capa:** Título do trabalho, identificação dos alunos, data

### **Índice**

**Resumo:** Deve descrever de uma forma sucinta e abreviada o que foi feito e os principais resultados.

**Introdução:** Não deve ultrapassar uma página. Deve incluir referências a trabalhos recentes.

**Parte Experimental:** Síntese do zeólito; Testes catalíticos (deve incluir um esquema da montagem usada para os testes catalíticos).

### **Resultados e discussão**

**Anexo:** Análise por GC do efluente reaccional (apresentar um cromatograma tipo com identificação dos produtos); Cálculos de conversão e selectividades.

### **Bibliografia**

O relatório deve ser enviado, **no prazo máximo de 2 semanas após a última aula**, por email ([apsoares@tecnico.ulisboa.pt](mailto:apsoares@tecnico.ulisboa.pt)) em ficheiro pdf .