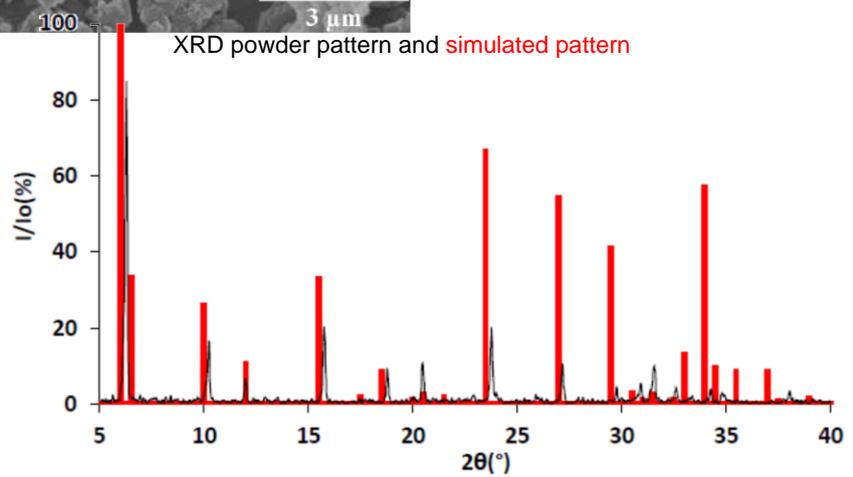
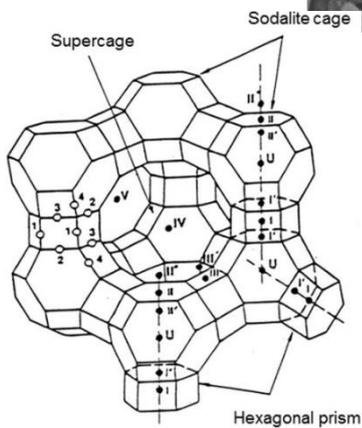
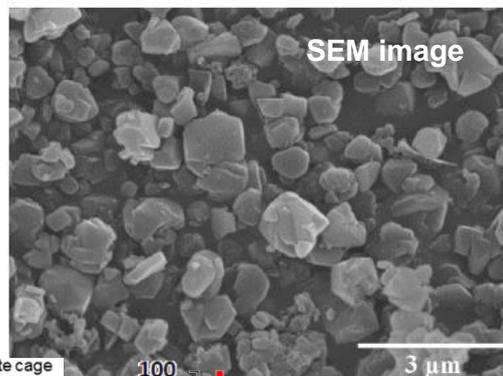


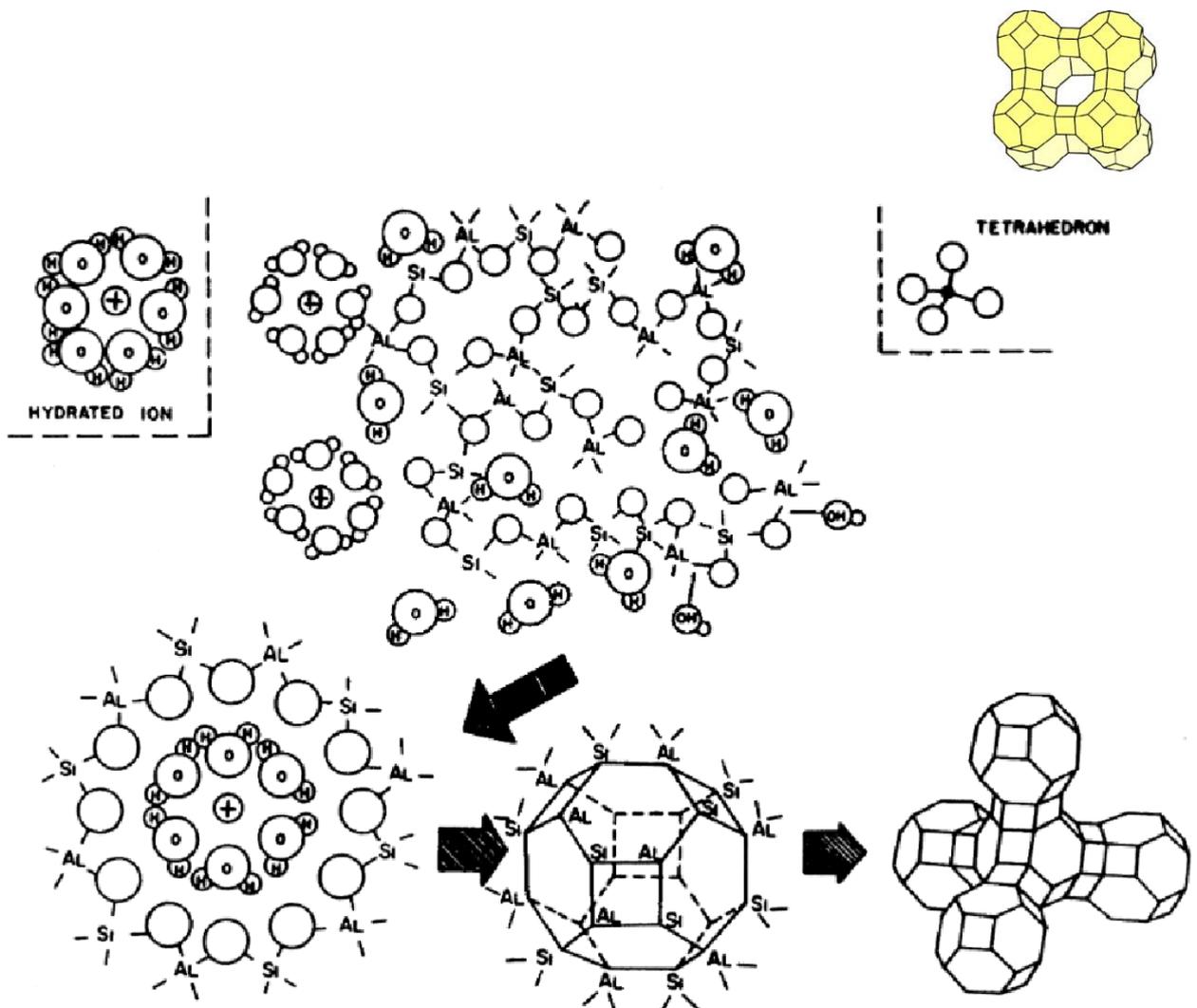
LEQ III

Catálise Heterogénea

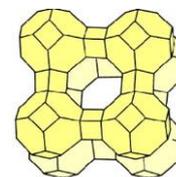
SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DO ZEÓLITO Y



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)

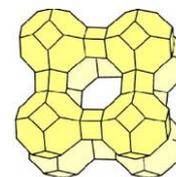
TÉCNICA EXPERIMENTAL:

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 H₂O.

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:

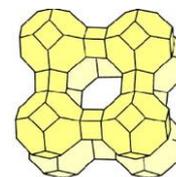
Preparar uma solução contendo 3,9 g de NaOH e 8,75g de H₂O.

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 H_2O

Solução D

Pesar 3,75 g de ácido silícico seco.

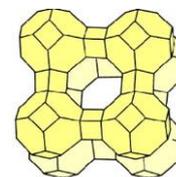
Preparar uma solução contendo 2,0g de NaOH em 9,375 g de H_2O e adicionar ao ácido silícico.

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

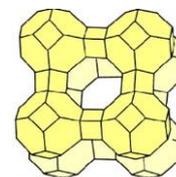
I-Pesar 250mg de zeólito (cada grupo só fará um teste catalítico)

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 (N₂).

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 (± 14 min) até que a área do pico do 1-buteno se mantenha constante.

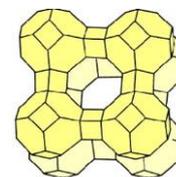
Durante a aula os dados cromatográficos correspondentes à análise do efluente reaccional são introduzidos numa folha Excel que permite o cálculo da conversão e das selectividades de formação de cada produto de reacção.

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) em ficheiro pdf .