



## 16º Congresso Nacional de Iniciação Científica

**TÍTULO:** IDENTIFICAÇÃO DAS VARIÁVEIS SIGNIFICATIVAS PARA A SÍNTESE DE ZEÓLITA ZSM-5 ASSISTIDA POR MICRO-ONDAS

**CATEGORIA:** EM ANDAMENTO

**ÁREA:** CIÊNCIAS EXATAS E DA TERRA

**SUBÁREA:** QUÍMICA

**INSTITUIÇÃO:** CENTRO UNIVERSITÁRIO DO INSTITUTO MAUÁ DE TECNOLOGIA

**AUTOR(ES):** CAROLINA MIYANOHARA BASSAI

**ORIENTADOR(ES):** LUIZ ALBERTO JERMOLOVICIUS

Realização:



Apoio:



## 1. RESUMO

A literatura da síntese de zeólita ZSM-5 publicada ainda é pouco detalhada, resultando em diferenças entre as amostras preparadas. Para esclarecer a sua ocorrência, foram encontradas ser vinte e uma as variáveis operacionais identificadas na etapa de preparação do gel de síntese de zeólitas ZSM5. Propõe-se um delineamento estatístico, especificamente o método de Plackett & Burman para quantificar a significância e efeito das vinte e uma variáveis operacionais relacionadas. Dessa maneira, permite-se uma padronização da síntese e uma maior acessibilidade em sua reprodução. Outro problema apresentado é o longo tempo necessário para a cristalização hidrotérmica da ZSM5 (cerca de 40 horas), desejando reduzir esse tempo, foi também analisado a redução desse tempo na síntese da ZSM-5. Além disso, propõe-se, também comparar os resultados de secagem convencional contra os de secagem auxiliada por micro-ondas, dividindo cada ensaio em duas amostras diferentes. O parâmetro de comparação será o índice de cristalinidade das amostras preparadas a partir da análise dos picos visualizados por raio X.

## 2. INTRODUÇÃO

Zeólita foi o termo imposto para designar uma nova classe de minerais naturais constituída de alumino silicatos hidratados de metais alcalinos e alcalino terrosos, cuja estrutura formam redes tridimensionais compostas por estruturas tetraédricas por átomos de silício e de alumínio coordenados com quatro átomos de oxigênio. A estrutura dessa rede é determinada pela repetição dessas unidades, as quais caracterizam o tamanho do poro da zeólita através do número de unidades presentes. No caso da zeólita ZSM5, a qual possui alta seletividade em reações catalíticas e estabilidade térmica, cuja fórmula é  $\text{Na}_n\text{Al}_n\text{Si}_{96-n}\text{O}_{192}\cdot 16\text{H}_2\text{O}$ , com  $0 < n < 27$ , o hidróxido ou brometo de tetrapropilamônio é o agente determinante em para a modelagem de sua estrutura.

A sua síntese é bem descrita na literatura científica, porém sem o detalhamento necessário para um processo químico adequado, já que não há o controle exato das variáveis operacionais, como consequência, um novo operador terá, praticamente, as dificuldades iniciais do anterior.

### **3. OBJETIVOS**

O objetivo é a identificação das variáveis operacionais determinantes no processo de síntese para que possa atingir uma padronização da síntese de zeólita ZSM-5 viabilizando sua reprodução, a partir do método do Plackett&Burman e dos experimentos, que determinaram o efeito de cada variável no procedimento.

### **4. METODOLOGIA**

Para a análise das variáveis operacionais do procedimento de síntese foi aplicado o método do Plackett&Burman, que consiste em um método estatístico para análise de diversas variáveis operacionais em um mesmo procedimento, obtendo-se a relevância de cada variável após um número determinado de experimentos. O procedimento utilizado da síntese da zeólita ZSM-5 baseia-se no método de H. Lechert, R. Kleinwort, sendo sua composição: 3.25g Na<sub>2</sub>O : 1g Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 30g SiO<sub>2</sub>: 958 g H<sub>2</sub>O, sendo esse o procedimento de cada ensaio analisado.

### **5. DESENVOLVIMENTO**

Primeiramente, foram preparadas diferentes amostras de zeólitas ZSM-5, seguindo o método de H. Lechert & R. Kleinwort. Para a compreensão dos diferentes resultados, o experimento foi repetido e analisado para a identificação de variáveis no processo, desse modo, foram identificadas vinte variáveis apenas na etapa de preparação do gel de síntese; como por exemplo: a pureza da água, pureza da soda caustica, concentração da solução, entre outras.

Para utilização do Plackett&Burman na análise da influência das variáveis foi necessário, a adição de outras variáveis para poder seguir o modelo que propõe 24 ensaios para o estudo. Cada ensaio resulta uma amostra, a qual é dividida em duas partes, sendo uma levada ao micro-ondas para processo de secagem e outra para a

estufa. O objetivo dessa separação é poder analisar também a otimização do micro-ondas no processo de síntese.

## **6. RESULTADOS PRELIMINARES**

A partir dos experimentos, é possível perceber a falta de conhecimento de detalhes de cada etapa do procedimento, já que em uma mesma amostra, foi possível obter diferentes resultados. Assim, através do método estatístico de Plackett & Burman, ficam quantificadas as significâncias e efeitos das variáveis identificadas.

## **7. FONTES CONSULTADAS**

Foletto E.L., Kuhnen N.C., José H.J. **Síntese da zeólita ZSM-5 e suas propriedades estruturais após troca iônica com cobre** Departamento de Engenharia Química e Engenharia de Alimentos, UFSC, C. P. 476

STOWE R, MAYER R. **Efficient Screening of Process Variables** 1966

LECHERT H., KLEINWORT R., **Verified of zeolitic materials** H.Robson, 2001

TESTA, M. A. **Contribuição Ao Estudo da Preparação de Zeólitas ZSM-5 com auxílio de Microondas**, 2014