



REMOÇÃO DE NITRATO DE SÓDIO DE CATALISADORES Co/SBA-15

Gabriela Gonzaga Cher (IC-Balcão/UEM), Lidiane Sabino da Silva (CAPES/UEM), Pedro Augusto Arroyo (Orientador), e-mail: arroyo@teracom.com.br

Universidade Estadual de Maringá / Centro de Tecnologia / Departamento de Engenharia Química/Maringá, PR.

Área: Engenharias Subárea: Engenharia Química

Palavras-chave: compostos alcalinos, etanol, EDTA.

Resumo:

No presente trabalho foi realizada a síntese de catalisadores Co/SBA-15 destinados à Síntese de Fischer-Tropsch (STF). Durante a síntese, houve contaminação das amostras com nitrato de sódio devido à natureza do agente redutor utilizado durante a síntese da fase metálica. A tentativa de remoção dos compostos de sódio foi realizada por meio de um simples tratamento de lixiviação, utilizando etanol e EDTA como solvente e agente complexante, respectivamente, seguido por um tratamento térmico em temperatura adequada. Verificou-se que o tratamento utilizando EDTA é mais eficaz na retirada quase que por completa da fase alcalina das amostras. Conclui-se também que a etapa de tratamento térmico foi essencial para alcançar este resultado.

Introdução

Metais alcalinos e alcalinos terrosos podem ser acidentalmente inseridos nos catalisadores durante as etapas de preparação, por exemplo, por meio de impurezas presentes na água, precursores de promotores, metais ativos, e também por meio de equipamentos utilizados no processo. A literatura mostra que a presença desses compostos prejudica a performance de algumas reações catalíticas, como a SFT, na qual a atividade dos catalisadores diminui e a seletividade a CO₂ aumenta conforme a quantidade de sódio aumenta nos catalisadores. Daí a necessidade de se remover compostos alcalinos presentes em catalisadores. No presente trabalho foi realizado um procedimento de lavagem de catalisadores de Co/SBA-15, visando à remoção de compostos de sódio presentes. Os solventes utilizados nas lavagens foram o etanol e o ácido etilenodiaminotetracético (EDTA). O primeiro foi escolhido por ser um bom solvente para o nitrato de sódio, e o segundo por ser um ligante



polidentado, o qual forma complexos com diversos íons metálicos. A fase alcalina foi inserida despropositadamente devido à utilização de borohidreto de sódio como agente redutor na síntese da fase ativa. O método mostra que é possível remover os compostos de sódio por meio de um procedimento simples, rápido e eficiente.

Materiais e métodos

A SBA-15 utilizada como suporte do catalisador foi sintetizada conforme o procedimento apresentado por Zhao *et al.*, (1998). A síntese das nanopartículas de cobalto foi realizada de acordo com o método proposto por Zhao *et al.* (2003). As nanopartículas de cobalto foram incorporadas nos suportes mesoporosos por impregnação incipiente obtendo-se teores de aproximadamente 6% em massa de cobalto. As amostras impregnadas foram submetidas a um tratamento com o objetivo de remover os compostos de sódio presentes, devido ao fato do borohidreto de sódio ter sido utilizado como agente redutor das nanopartículas. O tratamento consistiu numa etapa de lavagem com etanol e EDTA numa proporção volumétrica de aproximadamente 1:3, seguida de centrifugação, e em uma etapa de tratamento térmico a 150 e 300°C por 3 horas. A tabela 1 mostra a nomenclatura e condições utilizadas no tratamento para cada amostra.

Tabela 1 – Nomenclatura e condições utilizadas no processo de lavagem das amostras.

Amostra	Solvente	Quantidade de lavagens	Temperatura do tratamento térmico (°C)
1	Etanol	5	150
2	Etanol	5	300
3	EDTA	5	150
4	EDTA	5	300

As análises de Difração de Raios X (DRX) das amostras foram realizadas utilizando-se um difratômetro da marca Shimadzu, modelo XRD6000. Já a identificação dos compostos de sódio foi realizada por meio de análise de Espectroscopia na região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) usando um espectrofotômetro Bruker Vertex 70V.

Resultados e Discussão

Os resultados correspondentes a análise de Difração de Raios X dos catalisadores são mostradas na Figura 1. Nos difratogramas correspondentes ao catalisador sem tratamento observa-se picos em $2\theta =$



$29,5^\circ$ e $2\theta = 39^\circ$ que são indexados aos planos (104) e (113), respectivamente, indicativos da presença de nitrato de sódio (PCPDFWIN 89-0311), o qual é um produto secundário na reação de redução do nitrato de cobalto com borohidreto de sódio. Após as etapas de lavagem e tratamento térmico, aparentemente não há presença da fase indesejada. Como a fase alcalina poderia ainda estar presente nos catalisadores, caso as partículas estivessem com tamanhos inferiores a 20 nm, foi realizada a análise de FTIR, com o objetivo de verificar se ainda havia presença dos compostos nas amostras.

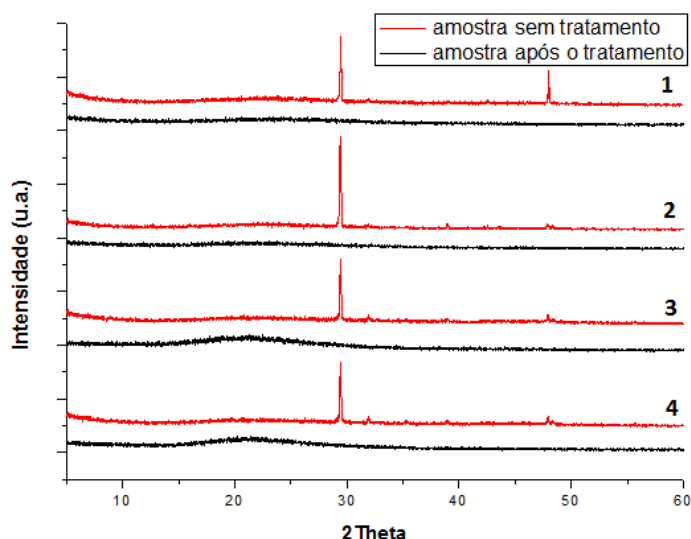


Figura 1 – Difrações de raios X dos catalisadores antes e após os processos de lavagem.

Na Figura 4 são apresentados os resultados relacionados à análise de FTIR. De acordo com os espectros é possível visualizar uma das bandas característica do nitrato de sódio, a qual está localizada em 1366 cm^{-1} de acordo com a literatura (Tam et al., 1997). Observa-se que após os tratamentos utilizando etanol como solvente ainda há presença de fase alcalina, enquanto que o tratamento utilizando EDTA foi mais eficaz na remoção dos compostos. Neste último caso, o tratamento térmico a uma maior temperatura auxiliou na remoção, aparentemente quase que completa, do nitrato de sódio. Desta maneira, é possível afirmar que neste caso, o poder de complexação do EDTA é mais eficaz que o poder de dissolução do etanol, possibilitando a remoção praticamente completa dos compostos de sódio após tratamento térmico em temperatura adequada.

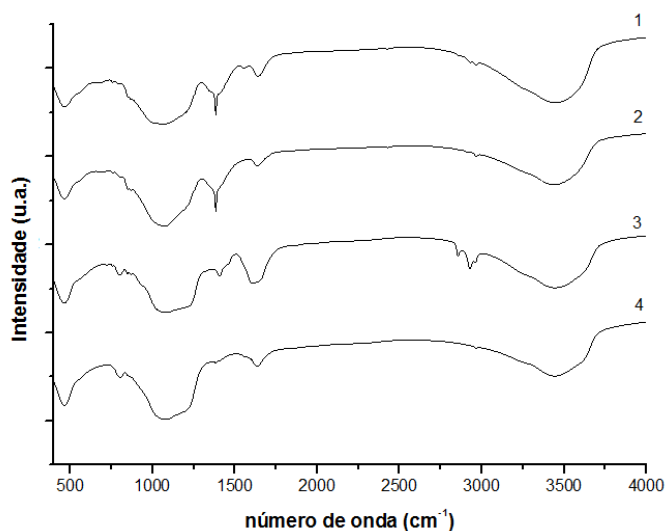


Figura 4 – Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier dos catalisadores após tratamento.

Conclusões

A eficácia na remoção dos compostos de sódio do catalisador por meio de tratamento simples de lixiviação com EDTA em conjunto com tratamento térmico a 300°C, permite que os catalisadores apresentem características desejáveis para serem utilizados em determinados tipos de reação, como na Síntese de Fischer-Tropsch.

Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES e ao CNPq pelo suporte financeiro.

Referências

Tam, M.S.; Gunter, G.C.; Craciun, R.; Miller, D.J.; Jackson, J.E. **Industrial & Engineering Chemistry Research**: Reaction and spectroscopic studies of sodium-salt catalysts for lactic-acid conversion. v.35, p.3505-3512, 1997.

Zhao, D.; Feng, Q.; Melosh, N.; Fredrickson, G.H.; Chmelka, B.F.; Stucky, G.D. **Science**: Triblock copolymer syntheses of mesoporous silica with periodic 50 to 300 angstrom pores. v.279, p.548-552, 1998.

Zhao, Y.M.; Zheng, R.K.; Zhang, X.X.; Xiao, J.Q. **Magnetics**: A simple method to prepare uniform Co nanoparticles. v.39, p.2764-2766, 2003..