

ESTUDO DA SÍNTESE DE MATERIAIS ZEOLÍTICOS PARA ADSORÇÃO DE CO₂

Study of the synthesis of zeolitic materials for CO₂ adsorption

Janielly Maria Silva Duarte¹; Aryandson Da Silva²; Mariele Iara Soares De Mello³;
Sibele Berenice Castella Pergher⁴

Laboratório de Peneiras Moleculares (LABPEMOL), Universidade Federal do Rio Grande do Norte,
Av. Senador Salgado Filho, 3000, Natal 59078-970, RN, Brazil

¹janielly1252maria@gmail.com; ²aryandson2011@gmail.com; ³mellomariele@gmail.com; ⁴sibele.pergher@ufrn.br

Data do recebimento: 05/02/2026 - Data do aceite: 28/05/2026

RESUMO: O aquecimento global é agravado pelo acúmulo de CO₂ na atmosfera, e a adsorção de gases em materiais sólidos surge como uma alternativa promissora para sua mitigação. Nesse contexto, as zeólitas são amplamente estudadas como materiais adsorventes devido à sua elevada capacidade de adsorção e à estabilidade de sua estrutura cristalina. Assim, este trabalho teve como objetivo avaliar a influência do tempo de síntese dos materiais na adsorção de CO₂. Foram sintetizadas três zeólitas com diferentes tempos de cristalização: LTA (1, 2, 3 e 4 horas), RHO (4, 6 e 8 dias) e CHA (2, 3, 4 e 5 dias). As amostras foram caracterizadas por difração de raios X e aplicadas em ensaios de adsorção de CO₂. Os resultados indicaram que, em alguns casos, zeólitas sintetizadas em tempos diferentes do padrão apresentaram melhor desempenho, como LTA e CHA, que apresentaram maior adsorção em amostras com menor cristalinidade, com valores de 4,544 mmol/g a 7500 mmHg. Já a zeólita RHO, a amostra padrão apresentou a maior capacidade de adsorção, atingindo 5,077 mmol/g a 7500 mmHg. Esses resultados evidenciam a necessidade de controlar a síntese dos materiais, otimizando a interação entre o CO₂ e a estrutura zeolítica.

Palavras-chave: *Adsorção de CO₂; Zeólitas; Diferentes cristalinidades.*

ABSTRACT: Global warming is exacerbated by the accumulation of CO₂ in the atmosphere, and the adsorption of gases on solid materials emerges as

a promising alternative for its mitigation. In this context, zeolites are widely studied as adsorbent materials due to their high adsorption capacity and the stability of their crystalline structure. Thus, this work aimed to evaluate the influence of the material synthesis time on CO₂ adsorption. Three zeolites were synthesized with different crystallization times: LTA (1, 2, 3, and 4 hours), RHO (4, 6, and 8 days), and CHA (2, 3, 4, and 5 days). The samples were characterized by X-ray diffraction and applied in CO₂ adsorption tests. The results indicated that, in some cases, zeolites synthesized at different times than the standard showed better performance, such as LTA and CHA, which showed greater adsorption in samples with lower crystallinity, with values of 4.544 mmol/g at 7500 mmHg. The RHO zeolite, the standard sample, showed the highest adsorption capacity, reaching 5.077 mmol/g at 7500 mmHg. These results highlight the need to control the material synthesis, searching optimization of the interaction between CO₂ and the zeolite structure.

Keywords: CO₂ adsorption; Zeolites; Different crystallinities.

Introdução

A forma como vivemos está alterando o clima, e isso afeta muito a natureza, piorando fenômenos como falta de água e calor intenso. Atualmente, a elevação da temperatura média da Terra é o desafio ambiental mais preocupante e urgente (Abreu, 2022). O aumento das atividades humanas, como utilização de combustíveis fósseis e atividades industriais, intensificada principalmente após a Revolução Industrial, fez com que a concentração de gases antrópicos de efeito estufa aumentasse na atmosfera, ocasionando a elevação do efeito estufa, e, consequentemente, a temperatura média do planeta e diversas mudanças climáticas (Anderson *et al.*, 2021).

A captura de CO₂ por meio da absorção em aminas líquidas, embora já bem estabelecida, enfrenta desafios importantes. Entre eles, destaca-se o alto gasto de energia necessário para restaurar o solvente em temperaturas elevadas e a produção de resíduos devido à deterioração das aminas, o que impacta

sua viabilidade econômica. Diante dessas desvantagens, as tecnologias que empregam a adsorção em materiais sólidos têm se mostrado alternativas com grande potencial. Elas se baseiam na interação entre sólido e gás, eliminando a necessidade de solventes e permitindo a operação em temperatura ambiente, com recuperação em níveis de temperatura mais amenos (80–120 °C). Tais sistemas podem ser utilizados tanto na remoção direta de CO₂ do ar, vista como uma tecnologia que retira emissões, quanto na captura de CO₂ de gases liberados por indústrias, auxiliando na diminuição das emissões causadas por atividades humanas (Hack *et al.*, 2022).

A adsorção é um processo de natureza química (quimissorção) ou física (fisissorção) em que há acúmulo de um ou mais constituintes contidos num fluido sobre superfícies sólidas, que será constituída por um material adsorvente. Sua eficiência está relacionada com a superfície interna, devido a estrutura cristalina que pode ser caracterizada por cavidades espaçosas, isto é, se a superfície for grande, a adsorção será efetiva, caso não seja, a adsorção da zeólita é comprometida.

da. Materiais adsorventes, como MOFs e zeólitas adsorvem principalmente através da fisissorção e espera-se que um aumento na pressão melhore sua adsorção (Soo *et al.*, 2024). Na maioria das vezes, é possível reverter o processo de adsorção modificando a temperatura e/ou pressão, facilitando a remoção do soluto de interesse adsorvido no sólido (Foust *et al.*, 1982).

Segundo LUZ (1995), as zeólitas, ou, peneiras moleculares, abrangem uma elevada quantidade de minerais, naturais ou sintéticos e são aluminosilicatos (contém Alumínio e Sílica em sua composição) hidratados de metais alcalinos, pertencentes à família 1A da tabela periódica, ou alcalinos terrosos (principalmente Na⁺, K⁺, Mg²⁺ e Ca²⁺), organizados em redes cristalinas tridimensionais, compostas por uma organização tetraédrica do tipo TO₄ (T = Si, Al, B, Fe, P, Co...), em que são unidos nos vértices por átomos de oxigênio.

A estrutura das zeólitas tem grande importância para os processos industriais, dependendo de suas propriedades, tais como: baixa densidade e grande volume de vazios quando desidratada; estabilização da estrutura cristalina, quando a zeólita é desidratada; propriedades de troca catiônica; condutividade elétrica; adsorção de gases e vapores em sua estrutura, entre outros (Luz, 1995).

A estabilidade térmica das zeólitas é bastante afetada pela proporção entre Si e Al, crescendo à medida que essa razão aumenta. No entanto, zeólitas com proporções Si/Al mais baixas exibem um campo elétrico mais forte, o que intensifica a ligação com as moléculas de CO₂, melhorando a adsorção. A zeólita RX, por exemplo, tem uma razão Si/Al de cerca de 1,27; a presença de átomos de alumínio na estrutura do cristal produz cargas negativas que são equilibradas por íons alcalinos, como o Na⁺, dentro da estrutura da zeólita, o que auxilia na alta capacidade

de adsorção de moléculas de CO₂ (Hack *et al.*, 2022).

Segundo Yang *et al.* (2024), a existência de água pode reduzir consideravelmente a capacidade de adsorver, já que a água compete com o CO₂ pelas mesmas áreas de reação. Adicionalmente, Bhati *et al.* (2025) afirma que substituição dos cátions presentes na zeólita, por outros íons com diferentes cargas, altera as características ácidas e básicas desses materiais, elevando sua aptidão para capturar CO₂ com o aumento da basicidade.

O tamanho dos poros e o volume total da zeólita são afetados pelas dimensões iônicas, influenciando a velocidade com que as reações ocorrem e a capacidade de adsorção, principalmente em zeólitas com poros pequenos (Boer *et al.*, 2023). A zeólita LTA, por exemplo, mostra-se eficaz para capturar e isolar gases, além de apresentar boa capacidade para troca iônica (Silva *et al.*, 2024).

Apesar de várias peneiras moleculares microporosas já terem sido estudadas para a captura de dióxido de carbono, um número considerável de outros materiais zeolíticos ainda aguarda investigação. Existem também as zeólitas com poros maiores, a exemplo das X e Y, que exibem uma capacidade de adsorção superior, embora sua seletividade seja inferior em comparação com as versões de poros menores. Com a diminuição do tamanho dos poros, a permeabilidade reduz e a seletividade aumenta (Boer *et al.*, 2023).

Parte do mercado de gases industriais envolve o fornecimento de CO₂ a vários usuários industriais, como: em catalisadores para o preparo de gás de síntese; na carbonatação de bebidas, como refrigerantes; no processo de refrigeração e conservação de alimentos; no desenvolvimento e aplicação de produtos químicos orgânicos e inorgânicos; em extintores de incêndio, entre outros (Gu, 2023).

Com base no que foi apresentado, o propósito deste trabalho é investigar em detalhes como o tempo de produção das zeólitas afeta suas características, incluindo o nível de cristalinidade e a morfologia. Além disso, busca-se relacionar esses atributos com o desempenho do material na adsorção de dióxido de carbono (CO_2), com o objetivo de utilizá-lo em sistemas de captura desse gás.

Metodologia

Três estruturas zeolíticas diferentes foram sintetizadas: LTA, RHO e CHA. O tempo de síntese foi estudado, e os materiais obtidos foram caracterizados por difração de Raios X (DRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Todos materiais foram avaliados na adsorção de CO_2 . A seguir se detalha essa metodologia.

Síntese da zeólita LTA

A zeólita LTA foi sintetizada com base na IZA (Thompson; Huber, 1982). Primeiramente foi feita uma solução com 40 g de H_2O e 0,506 g de NaOH, essa solução então foi dividida em duas partes iguais, (a) e (b), na solução (a) foi adicionado 3,860 g de aluminato de sódio para agitar até dissolver, na solução (b) foi adicionado 7,471 g de H_2O , 3,079 g de NaOH e 2,510 g de Sílica aerosil e agitado até homogeneizar. Após a completa homogeneização de ambas as soluções, foi vertida rapidamente a solução (a) na solução (b) e mantida em agitação por 30 minutos. Então, o gel formado foi transferido para autoclaves de teflon e levado para o bloco de aquecimento a 100 °C. O gel foi observado e retirado em 4 tempos distintos: 1 hora, 2 horas, 3 horas e 4 horas (tempo padrão), respectivamente. Após o tempo de cristalização, o material retirado foi filtrado

a vácuo e lavado com água destilada até que a água da lavagem atingisse pH 7.

Síntese da zeólita RHO

Utilizando o método de Chatelain *et al.* (1995), em um béquer foram adicionados 7,840 g de H_2O , 1,350 g 18-C-6 (18-crown-6), 1,800 g de CsOH e 0,596 g de NaOH, e agitados até se dissolverem. Posteriormente, separou-se a mistura em duas soluções. Na solução (1) foi adicionado 1,820 g de Aluminato, e agitado até homogeneizar. Na solução (2) adicionou-se 15 g de Sílica Ludox AS-40 e deixou-a em agitação até ocorrer a formação do gel, para enfim verter a solução (1) na solução (2) e continuar com a agitação magnética por 24h. Após esse tempo, transferiu-se a mistura para as autoclaves. A síntese ocorreu numa temperatura de 110°C numa estufa. Retirou-se os pontos em 4, 6 e 8 dias (tempo padrão). Após a cristalização, o material foi lavado até que a água da lavagem atingisse valores abaixo de pH 12 e seco numa estufa, o tempo de secagem durou cerca de 1 dia para cada amostra. Em seguida, as amostras foram levadas para calcinar com o intuito de retirar o orgânico, oriundo do direcionador orgânico utilizado na síntese, numa mufla durante 4 horas, numa rampa de 2 °C/min a uma temperatura de 550 °C.

Síntese da zeólita CHA

A zeólita CHA foi sintetizada com base em Bourgogne, Guth e Wey (1985). Em dois béqueres, colocou-se 19,211 g de H_2O (1) com 2,576 g de KOH até se dissolverem e 21,005 g de H_2O (2) com 5 g de Zeólita Y para dispersar. Em seguida, agitou-se 1 + 2 por aproximadamente 15 min e depois colocou em potes e levou as amostras para estufa com uma temperatura de aproximadamente 100 °C. As amostras foram retiradas da es-

tufa num tempo de 2, 3, 4 (tempo padrão) e 5 dias, respectivamente. Após a cristalização, as amostras foram lavadas com água destilada para um pH 7, para então, serem colocadas numa estufa para secar, sendo que o tempo de secagem durou cerca de 1 dia para cada amostra.

Difração de Raios X e cálculo da cristalinidade relativa

A análise de DRX (Difração de Raios X) foi realizada em um equipamento Bruker D2Phaser equipado com um detector Lynxeye e radiação de cobre (CuK α , $\lambda=1,54\text{\AA}$) com um filtro de Ni, corrente de 10 mA, voltagem de 30 kV, utilizando um detector Lynxeye, com uma faixa 2-theta entre 3° e 50°, uma fenda divergente de 0,6 mm uma fenda central de 1 mm com passo igual a 0,02° e um tempo de aquisição de 0,1 s. Após o fim da análise, as fases cristalinas foram identificadas com auxílio do software HighScorePlus versão 3.0.4.

Para calcular a cristalinidade relativa em todos os materiais, foi utilizada a equação (1). Para a zeólita LTA, os ângulos de referência foram mostrados em Wang *et al.* (2018). Para a zeólita RHO, os ângulos de referência foram baseados no trabalho de Silva (2022). Para a zeólita CHA, os ângulos de referência utilizados seguiram a bibliografia de Xiaoyan (2019). Os picos padrão estão relacionados às zeólitas sintetizadas no tempo padrão, ou seja, a zeólita LTA no tempo de 4 horas, a zeólita RHO no tempo de 8 dias e a zeólita CHA no tempo de 4 dias.

$$\% \text{ Cristalinidade relativa} = \frac{\sum \text{Intensidade dos picos da amostra}}{\sum \text{Intensidade dos picos padrão}} \cdot 100 \quad \text{Equação (1)}$$

Microscopia Eletrônica de Varredura

As imagens dos materiais foram obtidas em microscópio eletrônico de varredura

(MEV) TESCAN MIRA 4, com ajuda do detector secundário in-Beam SE com energia de 10 KeV. O procedimento é iniciado com a cobertura das amostras por um filme de ouro utilizando um vaporizador Denton Cacuuum, Voltagem de 30 V por 60 segundos. As amostras foram dispersas em fitas de carbono para análise em alto vácuo ao microscópio eletrônico de varredura.

Testes de Adsorção de CO₂

Os dados de adsorção de CO₂ foram obtidos na ASAP 2050 Micromeritics. Para as isotermas obtidas em temperaturas ambientes, aproximadamente 22°C, e com variação de pressão entre 5 mmHg e 7500 mmHg, em 0,120 g das amostras é realizado um pré-tratamento de aquecimento a 1 °C/min até 60 °C enquanto ocorria a formação de um vácuo a 10 mmHg/s de 760 mmHg até 10 mmHg. Após atingir a temperatura e a pressão desejada, é feita uma redução de pressão para 50 μ mHg e permanece por 10 minutos. Logo após os 10 minutos, ocorre um aquecimento de 10 °C/min até 200 °C e permanece nessa temperatura por 10 horas. Após esse tratamento, o porta amostra é transferido para a porta de análise, o qual ainda passa por um alto vácuo de 5 μ mHg por 1 hora antes de iniciar a análise. O processo de análise nessas condições ocorreu por variação de pressão à temperatura constante, em que são observadas 56 pressões de equilíbrio entre 5 mmHg e 7500 mmHg.

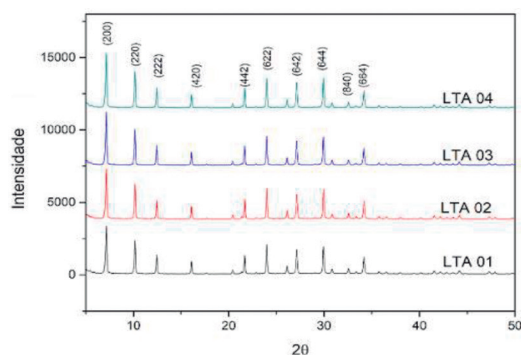
Resultados e Discussão

Inicialmente, os resultados das sínteses de cada material separado serão expostos e, posteriormente, serão apresentados os resultados de cristalinidade relativa comparando com os resultados de adsorção de CO₂.

Zeólita LTA

Na Figura 1, é apresentado os difratogramas de raios X das amostras de zeólita LTA sintetizadas em diferentes tempos: 1, 2, 3 e 4 horas, que correspondem as amostras: LTA 01, LTA 02, LTA 03 e LTA 04, respectivamente.

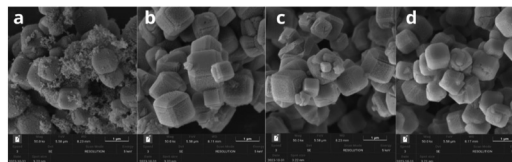
Figura 1 - Difratograma das Zeólita LTA em diferentes tempos de cristalização.



Por meio da Figura 1, pode-se observar que as amostras, independentemente do tempo de cristalização, apresentaram reflexões com picos nos ângulos referentes aos índices de Miller (números em parênteses) da zeólita LTA, confirmando a formação da zeólita desejada. O que mudou de maneira significativa foi a intensidade dos picos, em que a amostra LTA 01 apresentou picos menores, em comparação às demais amostras que tiveram maior tempo de cristalização. Nesse sentido, é correto afirmar que a zeólita com mais tempo de cristalização, obteve picos mais intensos que as demais amostras de zeólita LTA. Um resultado semelhante foi obtido no trabalho de Barbosa *et al.* (2011), em que o tempo de síntese maior, tornou a amostra mais cristalina.

Com auxílio do MEV, foi possível observar que o cristal tem a aparência levemente cúbica, típico da zeólita LTA, com as bordas chanfradas, como demonstrado na Figura 2.

Figura 2 - Microscopia eletrônica de varredura da zeólita LTA 01 (a), LTA 02 (b), LTA 03 (c) e LTA 04 (d) com magnitude de 50 mil vezes.



Na Figura 2a, observa-se uma pequena quantidade de cristais e uma grande presença de estrutura amorfa, indicando que a sílica não cristalizou completamente, resultando em cristais incompletos. Na Figura 2b, a amostra LTA 02 apresenta cristais com formatos cúbicos e menos estruturas amorfas, sendo mais eficaz após 1 hora a mais de cristalização em comparação à amostra LTA 01. No entanto, ainda há cristais de tamanhos variados e aglomerados, sugerindo que a cristalização não foi completa. Na Figura 2c, mais cristais são formados, mas sem uniformidade, com tamanhos diferentes e pontos amorfos, indicando que o tempo de síntese ideal não foi atingido.

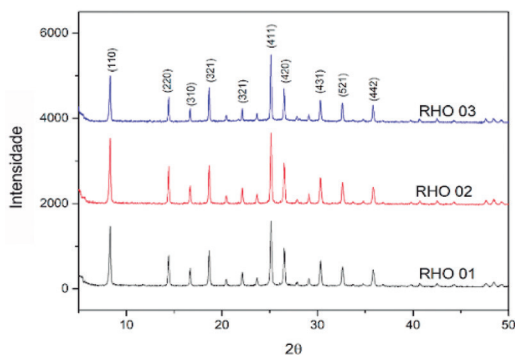
Na Figura 2d, os cristais zeolíticos têm aparência cúbica, bordas chanfradas e tamanhos uniformes, resultado de 4 horas de cristalização, considerado o tempo ideal para a zeólita LTA. Essa morfologia também foi observada no trabalho de Silva Filho *et al.* (2015). Ao analisar as amostras com 1, 2 e 3 horas de síntese, percebe-se que, embora cristais sejam formados, eles são estruturalmente irregulares e apresentam estruturas amorfas. O trabalho de Tomaz *et al.* (2019), que variou outros parâmetros como temperatura e tempo de cristalização, obteve resultados semelhantes aos deste estudo, ao alterar apenas o tempo de síntese.

Zeólita RHO

Na Figura 3, é apresentado um gráfico contendo os difratogramas das amostras da zeólita RHO sintetizadas em tempos diferen-

tes: a RHO 01, sintetizada em 4 dias, a RHO 02 em 6 dias e a RHO 03 em 8 dias.

Figura 3 - Difratoograma das zeólita RHO em diferentes tempos de cristalização.



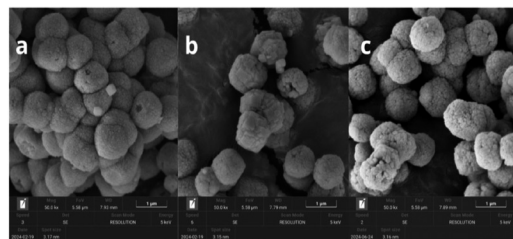
Salahudeen (2022) afirma em seu trabalho que o tempo de síntese zeolítica interfere na cristalinidade final do material, podendo ser observado através dos difratogramas obtidos pelo DRX. Com auxílio da Figura 3, é possível perceber que as amostras, independentemente do tempo de cristalização, tiveram suas reflexões nos ângulos referentes a zeólita RHO, confirmando sua formação. É notório também que a intensidade dos picos aumentou com o aumento do tempo de síntese, até chegar no tempo padrão, no caso da zeólita RHO é o tempo de 8 dias. O resultado foi semelhante com o de Mignoni *et al.* (2006), cujos materiais sintetizados em tempos inferiores ao padrão obtiveram caráter amorfo.

Na Figura 4 tem-se a zeólita RHO sintetizada em diferentes tempos, a magnitude das imagens é de 50 mil vezes. A partir dela percebe-se que a formação da zeólita ocorre através da união de partículas.

Na Figura 4a, percebe-se que um tempo menor que o tempo padrão de síntese não é suficiente para a formação da zeólita RHO. Na figura, alguns cristais estão mal formados ou incompletos, demonstrando um caráter amorfo. A aparência desses cristais é seme-

lhante a um couve-flor. Quando analisamos a Figura 4b, os cristais da zeólita RHO 02 são um pouco diferentes da RHO 01. A RHO 02 apresenta morfologia de estruturas retangulares, unidos a um único cristal. Além disso, tem menor caráter amorfo que a amostra de RHO 01.

Figura 4 - Microscopia eletrônica de varredura das amostras RHO 01 (a), RHO 02 (b) e RHO 03 (c) com magnitude 50 mil vezes.



Na Figura 4c, percebe-se a presença de cristais mais bem formados e com tamanhos semelhantes ao atingir o tempo padrão de formação da zeólita. Ao comparar com as outras amostras, nota-se que é possível obter cristais ao tentar sintetizar a mesma zeólita e tempos diferentes do padrão, mas elas têm características irregulares e terão a presença de estruturas amorfas de cristais malformados.

Zeólita CHA

Na Figura 5, está expresso um difratograma de raios X com os picos de intensidade das amostras da zeólita chabazita (CHA) sintetizadas em tempos distintos.

É nítido que na Figura 5, há reflexões com picos nos ângulos referentes aos índices de Miller (números em parêntesis) da zeólita CHA, confirmando sua formação. Seguindo os resultados das outras zeólitas mencionadas, o tempo de cristalização influenciou na intensidade dos picos, tornando as sínteses padrões de maiores picos. Logo, a amostra CHA 03, sintetizada em tempo padrão, obteve maior cristalinidade, que, por sua vez, teve

maior cristalinidade que a amostra CHA 02 e amostra CHA 01, respectivamente. Também apresentou maior cristalinidade que a CHA 04, que passou um dia de cristalização. Provavelmente, a cristalização estava no limite da fase de CHA, assim, com mais tempo, tenderia a formar outra morfologia zeolítica.

Figura 5 - Difratoograma das zeólita CHA em diferentes tempos de cristalização

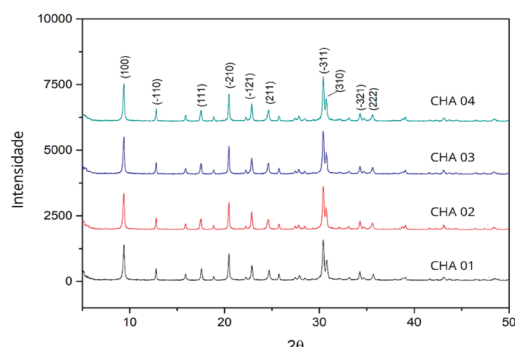
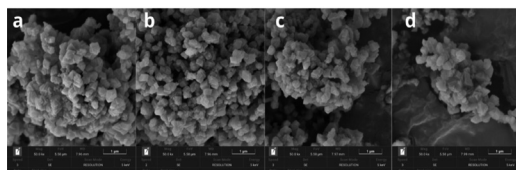


Figura 6 - Microscopia eletrônica de varredura da zeólita CHA 01 (a), CHA 02 (b), CHA 03 (c), CHA 04 (d) com magnitude de 50 mil vezes.



Na Figura 6a, a zeólita CHA 01, sintetizada em um tempo inferior ao padrão, apresenta cristais muito pequenos e formato losango, com elevados índices de amorfismo. Na Figura 6b, a zeólita CHA 02, que foi sintetizada por mais tempo, apresenta cristais maiores e melhor formados, mas ainda com alguma quantidade de amorfismo.

Na Figura 6c, a zeólita CHA 03, sintetizada no tempo padrão, tem cristais bem formados, uniformes e com o mesmo formato, sendo a amostra com os cristais mais bem definidos. Na Figura 6d, a zeólita CHA 04, que passou mais um dia de cristaliza-

ção, apresenta cristais que ainda mantém a morfologia esperada, mas são inferiores aos da CHA 03, possivelmente devido a danos causados pela maior duração da cristalização. Conclui-se que os melhores resultados foram obtidos com a síntese no tempo padrão.

Cristalização Relativa (%) e adsorção de CO₂

Os percentuais de cristalinidade relativa estão reunidos na Tabela I. A diferença da cristalinidade relativa está diretamente relacionada aos diferentes tempos de cristalização, que resultaram nos difratogramas das zeólitas LTA, CHA e RHO, expósito nas Figuras 1, 3 e 5, sucessivamente.

Com os resultados, observou-se que a síntese em tempo padrão obteve melhor cristalinidade relativa, enquanto os demais foram inferiores, e, além disso, quanto mais distante do tempo padrão de síntese, menor o percentual de cristalinidade e mais amorfa ficou a amostra.

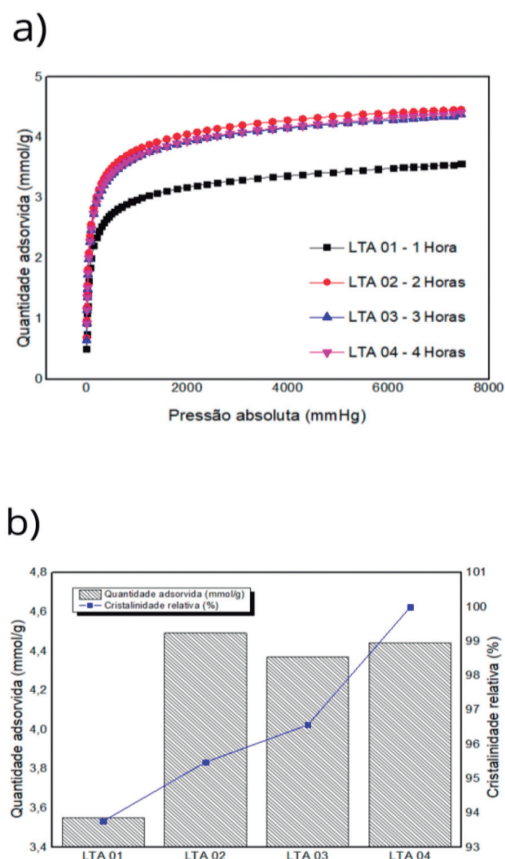
Na Figura 7 tem-se a relação da adsorção de CO₂ em amostras de zeólita LTA, sintetizadas em tempos diferentes, incluindo o tempo padrão de 4 horas (Figura 7a) e a relação da adsorção com a cristalinidade da zeólita (Figura 7b).

Pode-se observar que as zeólitas LTA 02 e LTA 03 apresentaram quantidades adsorvidas semelhantes, em aproximadamente 5 mmHg, em que a zeólita LTA 02 adsorveu 0,69 mmol/g enquanto a LTA 03 adsorveu 0,64 mmol/g.

A amostra que tem maior capacidade de adsorção de CO₂, em 5 mmHg, é a LTA 04, sintetizada em tempo padrão, que adsorveu 0,93 mmol/g. Isso pode ter acontecido, por causa da estrutura cristalina, que ao estar mais bem organizada, conseguiu adsorver mais moléculas de dióxido de carbono em sua estrutura. Contudo, na pressão de 7500

mmHg, a LTA 02 absorve mais CO₂ que as outras amostras (4,46 mmol/g) e, nesse caso, a cristalinidade relativa da amostra não foi parâmetro determinante para a eficiência de adsorção de CO₂ para o LTA, uma vez que o LTA 02 foi o que mais adsorveu. Por isso, outros fatores estruturais podem ser considerados por exercer influência sobre o processo de adsorção.

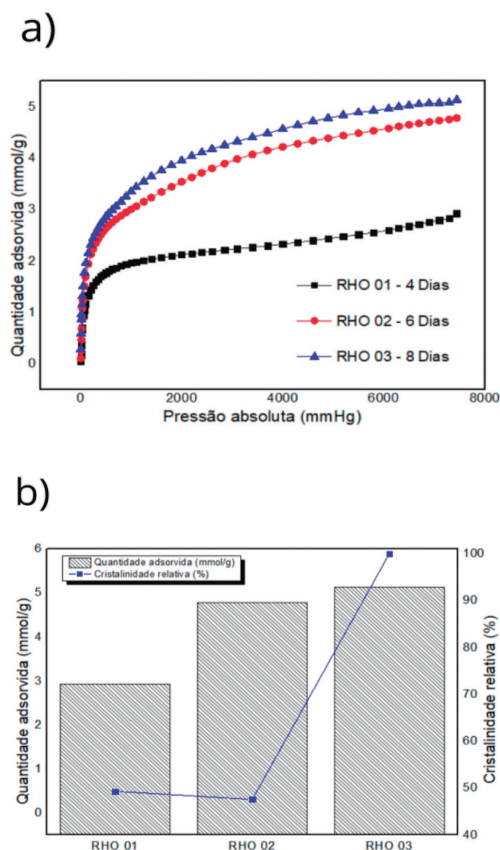
Figura 7 - a) Adsorção de CO₂ em amostras de Zeólita LTA em diferentes tempos de cristalização e b) Relação da cristalinidade relativa e adsorção de CO₂.



A presença e a distribuição dos cátions compensadores de carga presentes na estrutura zeolítica desempenham papel fundamental no controle da acessibilidade aos poros. Ou seja, dependendo da posição ocupada pelos

cátions, pode ocorrer redução do diâmetro efetivo das janelas de acesso, dificultando a difusão das moléculas de CO₂ para o interior da estrutura. Assim, uma amostra com maior grau de ordenação cristalina pode apresentar mais restrições quando comparada à de menor cristalinidade. Portanto, os resultados indicam que a acessibilidade da rede porosa e a distribuição dos cátions podem ser fatores mais relevantes para a adsorção de CO₂ do que a cristalinidade relativa observada por difração de raios X.

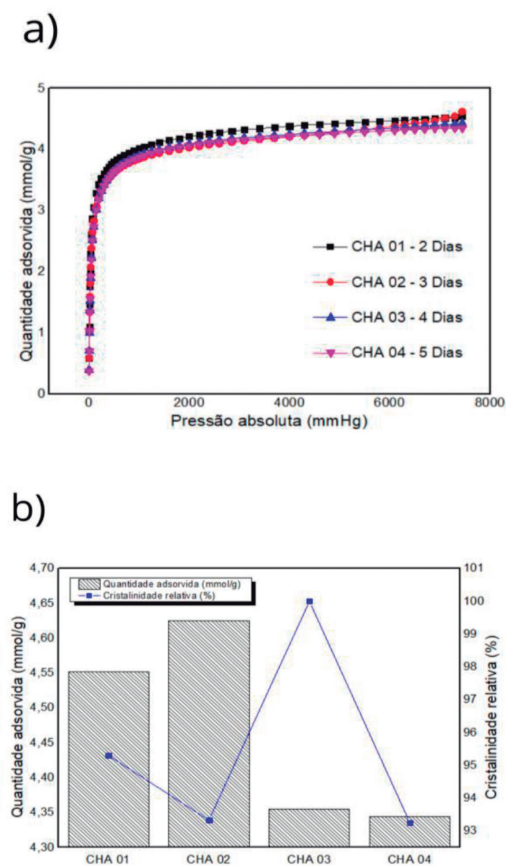
Figura 8 - a) Adsorção de CO₂ em amostras de Zeólita RHO em diferentes tempos de cristalização e b) Relação da cristalinidade relativa e adsorção de CO₂.



Na Figura 8, é notório que a amostra RHO 03 apresentou quantidades adsorvidas superiores às demais amostras, em altas e

baixas pressões. Na pressão de aproximadamente 7500 mmHg, a zeólita RHO 01 adsorveu 2,83 mmol/g, a zeólita RHO 02 adsorveu 4,75 mmol/g, enquanto a RHO 03 adsorveu 5,08 mmol/g. Possivelmente por ter a cristalinidade relativa elevada em relação às demais amostras de zeólita RHO, o gás consegue se difundir com mais facilidade em uma estrutura mais cristalina, como a amostra RHO 03.

Figura 9 - a) Adsorção de CO₂ em amostras de Zeólita CHA em diferentes tempos de cristalização e b) Relação da cristalinidade relativa e adsorção de CO₂.



Na Figura 9a, observa-se que as zeólitas CHA 02 e CHA 03 apresentam quantidades adsorvidas semelhantes em altas pressões,

com ambas adsorvendo 4,30 mmol/g de CO₂. A zeólita CHA 01, por sua vez, adsorveu 0,59 mmol/g a 5 mmHg, enquanto a CHA 04 adsorveu 0,38 mmol/g. Embora a amostra CHA 02 tenha apresentado a maior quantidade adsorvida, a diferença observada em relação às demais amostras foi relativamente pequena, sugerindo que todas as zeólitas sintetizadas desenvolveram estruturas microporosas semelhantes e com a mesma acessibilidade.

A amostra CHA 02 foi a que mais adsorveu, com 4,62 mmol/g, numa pressão de 7500 mmHg, seguida pelas amostras CHA 01 e CHA 03, que adsorveram 4,55 mmol/g e 4,43 mmol/g, respectivamente. O raio atômico do cátion da zeólita CHA é grande e ocupa muito espaço, dificultando a adsorção eficiente do gás, e a síntese em menos tempo resulta em uma estrutura menos cristalina, proporcionando mais espaço para a adsorção.

Assim como nas amostras de LTA, a influência da cristalinidade sobre a adsorção também parece ter sido limitada nas amostras da zeólita CHA. Amostras menos cristalinas podem apresentar maior quantidade de defeitos estruturais que favorecem a difusão do gás e aumentam a acessibilidade aos sítios de adsorção. Entretanto, no caso das zeólitas CHA, esse efeito não foi suficientemente intenso para gerar diferenças expressivas na capacidade adsorptiva, indicando que a microporosidade característica da estrutura permaneceu preservada independentemente das variações no tempo de síntese. A adsorção de CO₂ está mais relacionada à acessibilidade desses canais e à interação do gás com os cátions compensadores de carga presentes na estrutura do que propriamente ao grau de cristalinidade do material. Como as diferenças estruturais entre as amostras foram pequenas, as isotermas resultantes apresen-

Tabela I: Percentuais da cristalização relativa das amostras sintetizadas.

Zeólita	Nome da amostra	Tempo de cristalização	Cristalização relativa (%)	Quantidade adsorvida em 7500 mmHg (mmol/g)
LTA	LTA 01	1 hora	93,77	3,55
LTA	LTA 02	2 horas	95,48	4,46
LTA	LTA 03	3 horas	96,57	4,35
LTA	LTA 04	4 horas	100,00	4,41
RHO	RHO 01	4 dias	48,30	2,83
RHO	RHO 02	6 dias	47,58	4,75
RHO	RHO 03	8 dias	100,00	5,08
CHA	CHA 01	2 dias	95,30	4,55
CHA	CHA 02	3 dias	93,33	4,62
CHA	CHA 03	4 dias	100,00	4,43
CHA	CHA 04	5 dias	93,24	4,35

taram comportamento bastante semelhante, tanto em baixas quanto em altas pressões.

De modo geral, comparando os resultados da adsorção de CO₂ das zeólitas em 7500 mmHg, contidos na Tabela I e expressos nas Figuras 7, 8 e 9, foi notório que o percentual de cristalinidade relativa da amostra, exceto a zeólita RHO, não foi fator determinante para adsorção de CO₂.

Com o auxílio da Tabela I, é possível observar, além dos valores de adsorção de CO₂, os percentuais de cristalinidade de cada amostra sintetizada. Os tempos padrões de síntese apresentaram, como esperado, a maior cristalinidade, afirmando que quanto mais próximo do tempo padrão de síntese, maior é a cristalinidade da zeólita.

O material padrão possui 100% de cristalinidade, porém, nota-se que em tempos menores de síntese, é possível obter uma capacidade de adsorção similar a um material 100% cristalino, podendo assim reduzir o tempo de síntese desses materiais sem perder consideravelmente a eficiência do processo de adsorção.

Considerações Finais

Portanto, podemos concluir que zeólitas com diferentes cristalinidades apresentam cristais diferentes, sendo que as sintetizadas em tempo padrão são superiores às demais. Além disso, possuem diferentes capacidades de adsorção, como foi observado que, na zeólita LTA a cristalinidade abaixo de 95% não apresenta bons resultados, enquanto acima deste valor a quantidade adsorvida aproxima-se da capacidade de adsorção da zeólita padrão, já na zeólita RHO, a cristalinidade influencia drasticamente a capacidade de adsorção, sendo a zeólita padrão aquele que mais adsorveu e na zeólita CHA, cristalinidades próximas a 93% apresentaram melhores capacidades de adsorção, enquanto amostras com cristalinidades acima de 95% apresentaram redução, indicando que a cristalinidade não influencia diretamente no processo de adsorção de CO₂. Nesse sentido, a redução do tempo

de síntese de zeólitas, como CHA e LTA, permite obter amostras com capacidade de adsorção comparável àquelas produzidas

no tempo padrão. Isso possibilita a redução de custos da produção mantendo um bom desempenho da adsorção de CO₂.

REFERÊNCIAS

- ABREU, K. K. **O impacto do conhecimento da química como parte de soluções para o aquecimento global**. 2022. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Química) – Centro Universitário Internacional UNINTER, Curitiba, 2022.
- ANDERSON, P. R. *et al.* Simulação do efeito estufa, da intensificação do efeito estufa pela presença de CO₂ e do impacto da mudança da cobertura da Terra na temperatura média do meio utilizando o Arduino. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 43, e20200355, 2021. DOI: 10.1590/1806-9126-RBEF-2020-0355.
- ANBIA, M.; KOOHSARYAN, E.; BORHANI, A. Novel hydrothermal synthesis of hierarchically structured zeolite LTA microspheres. **Materials Chemistry and Physics**, v. 193, p. 380–390, 2017. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2017.02.048.
- BARBOSA, A. S. *et al.* Influence of crystallization time on structural and morphological characteristics the precursor of zeolite MCM-22. **Materials Science Forum**, v. 660-661, p. 567-572, 2010. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.660-661.567.
- BHATI, G. *et al.* Influence of cation exchange on the selective CO₂ adsorption performance of Zeolite-Y over CH₄ and N₂. **Microporous and Mesoporous Materials**, v. 387, art. 113537, 2025. DOI: 10.1016/j.micromeso.2025.113537.
- BOER, D. G.; LANGERAK, J.; PESCARMONA, P. P. Zeolites as selective adsorbents for CO₂ separation. **ACS Applied Energy Materials**, v. 6, n. 5, p. 2634-2656, 2023. DOI: 10.1021/acsae.2c03605.
- BOURGOGNE, M.; GUTH, J.-L.; WEY, R. **Process for the preparation of synthetic zeolites, and zeolites obtained by said process**. Estados Unidos da América, Patente US4503024A, 5 mar. 1985.
- CHATELAIN, T. *et al.* Synthesis and characterization of high-silica zeolite RHO prepared in the presence of 18-crown-6 ether as organic template. **Microporous Materials**, v. 4, n. 2-3, p. 231-238, 1995. DOI: 10.1016/0927-6513(95)00009-X.
- FERREIRA, I. M. **Utilização de zeólitas como adsorventes para a remoção de CO₂: uma revisão da literatura**. 2021. 35 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Química) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2021.
- FOUST, A. S. *et al.* **Princípios das operações unitárias**. 2. ed. Rio de Janeiro: LTC, 1987.
- GU, B. Current status and prospects of carbon capture, utilization and storage technology in the context of international carbon neutrality strategic goals. **E3S Web of Conferences**, v. 424, art. 04015, 2023. DOI: 10.1051/e3sconf/202342404015.
- HACK, J.; MAEDA, N.; MEIER, D. M. Review on CO₂ capture using amine-functionalized materials. **ACS Omega**, v. 7, n. 4, p. 39520-39530, 2022. DOI: 10.1021/acsomega.2c03385.
- LIANG, D. *et al.* Study of RHO zeolite with different cations for CO₂/CO separation in pressure swing adsorption. **Micro and Nano Letters**, v. 16, n. 5, p. 319-326, 2021. DOI: 10.1049/mna2.12054.

- LIMA, R. C. *et al.* **Environmentally Friendly Zeolites**. Cham: Springer, 2019. DOI: 10.1007/978-3-030-19970-8.
- LIU, Q. *et al.* NaKA sorbents with high CO₂-over-N₂ selectivity and high capacity to adsorb CO₂. **Chemical Communications**, v. 46, p. 4502-4504, 2010. DOI: 10.1039/C000900H.
- LIU, Z. *et al.* Zeolite-based adsorbents for CO₂ capture: synthesis, modification, and applications. **Journal of CO₂ Utilization**, v. 34, p. 135-152, 2019. DOI: 10.1016/j.jcou.2019.06.004.
- LUZ, A. B. **Zeólitas: propriedades e usos industriais**. Rio de Janeiro: CETEM, 1995.
- MADHU, J. *et al.* CO₂ adsorption performance of template free zeolite A and X synthesized from rice husk ash as silicon source. **RSC Advances**, v. 12, p. 23221-23239, 2022. DOI: 10.1039/D2RA04052B.
- MIGNONI, M. L.; DETONI, C.; PERGHER, S. B. C. Estudo da síntese da zeólita ZSM-5 a partir de argilas naturais. **Química Nova**, v. 30, n. 1, p. 45-48, 2006.
- NG, Y. S. *et al.* Zeolite RHO synthesis accelerated by ultrasonic irradiation treatment. **Scientific Reports**, v. 9, art. 15680, 2019. DOI: 10.1038/s41598-019-51460-x.
- PHAM, T. D. *et al.* Molecular basis for the high CO₂ adsorption capacity of chabazite zeolites. **ChemSusChem**, v. 7, n. 11, p. 3031-3038, 2014. DOI: 10.1002/cssc.201402555.
- SALAHUDEEN, N. A review on zeolite: application, synthesis and effect of synthesis parameters on product properties. **Chemistry Africa**, v. 5, p. 1889-1906, 2022. DOI: 10.1007/s42250-022-00471-9.
- SILVA, A. *et al.* Synthesis and cation exchange of LTA zeolites synthesized from different silicon sources applied in CO₂ adsorption. **Coatings**, v. 14, art. 680, 2024. DOI: 10.3390/coatings14060680.
- SILVA, A. F. S. **CuOx-RHO aplicados para conversão de metano em metanol**. 2022. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2022.
- SILVA FILHO, S. H. *et al.* Síntese da zeólita A com elevado grau de ordem estrutural a partir de um rejeito de caulim da região do Jari. **Perspectiva**, v. 39, n. 147, p. 67-72, set. 2015.
- SOO, X. Y. D. *et al.* Advancements in CO₂ capture by absorption and adsorption: a comprehensive review. **Journal of CO₂ Utilization**, v. 81, art. 102727, 2024. DOI: 10.1016/j.jcou.2024.102727.
- THOMPSON, R. W.; HUBER, M. J. Analysis of the growth of molecular sieve zeolite NaA in a batch precipitation system. **Journal of Crystal Growth**, v. 56, n. 3, p. 711-722, 1982. DOI: 10.1016/0022-0248(82)90056-2.
- TOMAZ, P. F. *et al.* Avaliação dos parâmetros de síntese da zeólita ZSM-5: efeitos do tempo de cristalização e do uso de aquecimento na cristalinidade do material. *In*: Congresso Nacional de Pesquisa e Ensino em Ciências, 4., 2019, Campina Grande, PB. Anais do IV CONAPESC. Campina Grande: Realize Editora, 2019. Disponível em: <https://www.editorarealize.com.br/artigo/visualizar/56606>
- WANG, Y. *et al.* Synthesis, characterization and CO₂ adsorption of NaA, NaX and NaZSM-5 from rice husk ash. **Solid State Sciences**, v. 78, p. 96–104, 2018. DOI: 10.1016/j.solidstatesciences.2018.03.011.
- XIAOYAN, Y. *et al.* A time- and cost-effective synthesis of CHA zeolite with small size using ultrasonic-assisted method. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 58, art. 104656, 2019. DOI: 10.1016/j.ultsonch.2019.104656.
- YANG, X. *et al.* Competitive adsorption of moisture and SO₂ for carbon dioxide capture by zeolites FAU 13X and LTA 5A. **Processes**, v. 12, n. 8, art. 1547, 2024. DOI: 10.3390/pr12081547.

