

SÍNTESE DE ZEÓLITAS A PARTIR DA CASCA DE ARROZ *IN NATURA* E DE SUA CINZA

Caroline Pellis, Gabriel Garcia Barboza*, Mayara Mota Rodrigues e Raquel Ferreira.

Discentes do Curso Técnico em Química, modalidade Integrado, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Santa Catarina - Campus Jaraguá do Sul

*Email: gabriel.ifscjar@gmail.com

Claudio Cascaes

Docente do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Santa Catarina - Campus Jaraguá do Sul

Email: claudio.cascaes@ifsc.edu.br

Resumo: Em consequência do grande cultivo de arroz e do seu beneficiamento na região de Jaraguá do Sul, são gerados elevados volumes de resíduos, sendo estes a casca do arroz, que como resultado de sua utilização como fonte de energia térmica, geram um segundo resíduo, a cinza da casca do arroz. Portanto, torna-se significativo o estudo de novos destinos aos resíduos gerados visto que, se esses subprodutos forem descartados de maneira incorreta, geram danos ao meio ambiente. O Brasil é o oitavo maior produtor de arroz do mundo, sendo a região Sul a que mais produz e, conseqüentemente é a região que mais gera resíduos, na qual, para cada tonelada de arroz em casca, 23,0 % correspondem a casca, e 4,0 % correspondem as cinzas geradas. Portanto, o presente trabalho teve como principal objetivo, o reaproveitamento desses resíduos para a síntese de zeólitas A. A extração das matérias primas para a síntese das zeólitas, se dá por lixiviação ácida e calcinação para as cascas e, por lixiviação em meio alcalino para as cinzas, com o intuito de remover as impurezas presentes, utilizando duas metodologias distintas e adaptadas, presentes na literatura. Os resultados obtidos com a pesquisa, foram parcialmente positivos visto que, foi possível extrair a sílica presente na casca de arroz e caracterizá-la por espectroscopia de infravermelho, já na obtenção do silicato de sódio, os rendimentos obtidos foram abaixo do esperado, e não foi possível realizar nenhum teste de caracterização da solução. A partir do teste de adsorção utilizando o corante azul de metileno, com análise de absorvância realizada com o espectrofotômetro UV - VIS, comprovou-se que o produto final não apresentava propriedade adsortiva, característica da zeólita A.

Palavras-chave: Resíduo; Casca de arroz; Cinza da casca de arroz; Sílica; Zeólita A.

Abstract - Due to the intense cultivation of the rice has been intensely cultivated and processed in Jaraguá do Sul region, high volumes of residues are generated. This kind of residue is known as the rice husk, and it is also used as a thermal energy source. The husk generates a second residue namely, the rice husk ash. Therefore, the study of new destinations to the generated waste becomes significant, if these by-products are discarded incorrectly, they will damage the environment. Brazil is the largest rice producer in the world, with the southern region producing more and, consequently, a region that generates more waste, in which, for each ton of rice in shell, 23.0% correspond to bark, and 4.0% correspond to the ashes generated. Therefore, the main objective of the present work was to reuse these

residues, which involves the synthesis of zeolites A. The extraction of raw materials for the synthesis of the zeolites is by calcination of the shells and by leaching the ashes in alkaline medium in order to remove the impurities, using two different adapted methodologies, present in the literature. The results obtained with this research, were positive highlights seen, were to extract a silica present in the rice husk and to characterize the infrared spectroscopy, it was possible to perform any characterization test of the solution. From the analysis performed with the UV - VIS, using the methylene blue dye, it was not verified that the final product was not property of the adsorptive property, characteristic of Zeolite A.

Keywords: *Residue; Rice husk; Rice husk ash; Silica; Zeolite A.*

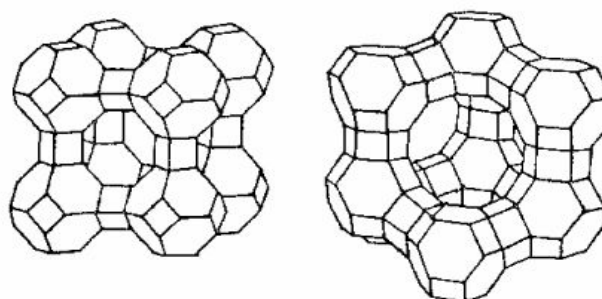
1. INTRODUÇÃO

A casca de arroz é um subproduto - agroindustrial gerado a partir do beneficiamento do arroz, representando 22,0 % de sua massa (NITZKE; BRIEDRZYCKI, 2018). Na sua composição, pode-se destacar os resíduos inorgânicos, contendo em média 95,0 a 98,0 % de sílica amorfa (DELLA, 2005). Mediante a queima da casca de arroz, são geradas as cinzas, que por sua vez possuem um grande valor comercial agregado, pelo fato de conter em sua composição um teor de sílica maior que 92,0 % (FOLETTO *et al.*, 2005), se comparado a casca de arroz, que contém em sua composição cerca de 13,0 a 29,0 % de sílica. O dióxido de silício ou sílica é uma combinação de oxigênio e silício (SiO_2). A sílica amorfa é a fase mineral, possuindo diferentes níveis de hidratação, tendo como fórmula geral $\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, podendo ser utilizada como adsorvente, componente catalisador, carga e dessecante.

As zeólitas, produto final do trabalho, têm como principal constituinte a sílica, com isso, se torna importante o conhecimento não só dos teores de sílica contidos nos resíduos mas também, sobre as propriedades das zeólitas. Atualmente a definição de zeólita, segundo *Subcommittee on Zeolites of the International Mineralogical Association, Commission on New Minerals and Mineral Names* (Coombs *et al.*, 1997), é considerada zeólita toda substância cristalina que possui uma armação de tetraedros interligados, cada um constituído de quatro átomos de oxigênio envolvendo um cátion. As zeólitas são aluminossilicatos hidratados cristalinos, que pertencem à família dos tectossilicatos, possuindo arranjo estrutural composto por um esqueleto constituído pela combinação tridimensional de tetraedros de AlO_4 e SiO_4 , que são unidos entre si através de átomos de oxigênio (MELO; RIELLA, 2010).

Essa armação contém cavidades abertas, simulando canais e “gaiolas”, que comumente são ocupadas por água e que são substituíveis. A estrutura da zeólita e a formação dos canais é representada pela Figura 1.

Figura 1 - Exemplos de estruturas de zeólitas



Fonte: (AGUIAR, NOVAIS, GUARINO, 2002).

A fórmula química da zeólita é do tipo: $M_2/nO \cdot Al_2O_3 \cdot x SiO_2 \cdot y H_2O$, em que, M é um elemento alcalino ou alcalino terroso, n é a valência de cargas deste elemento, x é um número de 2 a 10, e y é um número de 2 a 7.

Segundo Castelli (2017), a zeólita A, tem principal aplicabilidade na indústria, devido às suas propriedades moleculares, assim como capacidade de adsorção de água e troca iônica. Estruturalmente, a zeólita A pertence ao grupo C_4-C_4 , na qual, sua estrutura cristalina é expressa através da união de dois tipos de poliedros: um cubo simples (4-4) formado pela união de dois anéis de quatro tetraedros (Figura 3) e, um octaedro formado pela combinação de 24 tetraedros. Sua fórmula química pode ser representada por $Na_{96}Al_{96}Si_{96}O_{384} \cdot 27H_2O$ (SANTOS *et al.*, 2009).

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Amostras

As cascas de arroz (CA) e as cinzas das cascas de arroz (CCA) necessárias para a realização desta pesquisa, foram doadas pela empresa Urbano Agroindustrial LTDA.

2.2 Extração da sílica

O primeiro procedimento realizado para a produção da zeólita A, se deu por meio da extração da sílica (SiO_2) presente na casca de arroz *in natura*, através da lixiviação em meio ácido, utilizando ácido clorídrico (HCl) com concentração igual a $1,00 \text{ mol L}^{-1}$, posteriormente realizou-se a calcinação utilizando a mufla com o objetivo de remover

compostos orgânicos presentes nas mesmas. Os métodos utilizados foram baseados em Petkowicz (2009).

2.2.1 Fase de testes

Inicialmente foram realizados dois testes, utilizou-se para a realização dos mesmos, um quarto da massa descrita na metodologia inicial (PETKOWICZ, 2009), ou seja, 6,25 g de casca de arroz para 125 mL de ácido clorídrico (HCl) 1,00 mol L⁻¹. Com o objetivo de verificar a influência da agitação no processo de lixiviação ácida, as cascas foram pesadas em dois béqueres, sendo que, utilizou-se a agitação magnética em um e no outro a agitação mecânica durante 2 horas.

Após a lixiviação ácida, as duas amostras foram filtradas com uma peneira de metal e lavadas com água deionizada, sendo posteriormente secas em estufa por aproximadamente 4 horas a 110 °C. Para a obtenção da sílica, as duas amostras foram submetidas a um tratamento térmico, o qual, consistiu em um aquecimento gradual da temperatura na mufla, com patamares de 100 °C em 100 °C até atingir 600 °C, sendo essa, a temperatura máxima mantida por 4 horas. Ao todo foram realizados seis testes, entretanto, os respectivos resultados foram os que apresentaram o maior rendimento em massa de sílica obtida nos testes iniciais, foram de 0,780 g com a utilização do agitador magnético, e 0,820 g para a lixiviação mecânica.

2.2.1 Metodologia final

Na execução do procedimento principal, sugerido na metodologia (PETKOWICZ, 2009), foram utilizados 25 g de casca de arroz, juntamente com 500 mL de ácido clorídrico (HCl) 1,00 mol L⁻¹, sendo utilizado na lixiviação o agitador mecânico, e os mesmos procedimentos descritos nos testes. A massa final de sílica obtido foi de 2,74 g.

2.3 Obtenção do silicato de sódio

O segundo processo foi realizado a partir das cinzas da casca de arroz, com o objetivo de obter-se silicato de sódio (Na₂SiO₃), através da lixiviação em meio alcalino com hidróxido de sódio (NaOH) 1,00 mol L⁻¹. É válido mencionar, que o propósito da realização de duas metodologias, foi avaliar e comparar qual método ocasionaria um melhor rendimento no produto final, em relação às matérias primas utilizadas, ou seja, a CA e a CCA respectivamente.

2.3.1 Fase de testes

Os testes realizados para a obtenção do silicato de sódio, se assemelham proporcionalmente com os realizados para obtenção da sílica. Inicialmente, foram pesadas em dois béqueres um quarto da massa indicada na metodologia (FEITOSA e GIACON, 2014), cerca de 6,25 g de cinzas da casca de arroz, sendo submetida cada amostra à uma solução alcalina de 125 mL de hidróxido de sódio (NaOH) 1 mol L⁻¹. As mesmas mantiveram-se sob agitação contínua, sendo que, uma amostra com o auxílio de um agitador magnético e a outra com um agitador mecânico, variando o tempo e a temperatura, mantendo 2 horas a temperatura de 60 °C, 30 minutos em 80 °C e 30 minutos em 100 °C. Posteriormente, as soluções foram filtradas com papel filtro e funil simples, resultando nas soluções de silicato de sódio (Na₂SiO₃). Na fase de testes, obtivemos os seguintes volumes de silicato de sódio, 45 mL com o auxílio do agitador magnético e 13 mL com o uso do agitador mecânico.

Após a execução da fase de testes, realizou-se o mesmo procedimento a fim de obter um maior rendimento, pesou-se 12,5 g de cinza da casca de arroz para 250 mL de hidróxido de sódio (NaOH) 1 mol L⁻¹, com o auxílio de um agitador magnético e seguindo os mesmos processos descritos na fase anterior. Obteve-se 44 mL de silicato de sódio.

2.2.1 Metodologia final

Na fase final de execução da metodologia proposta, foram pesadas 25 g de cinza da casca de arroz para 500 mL de solução de NaOH 1 mol L⁻¹, sendo utilizado o agitador magnético e realizados os mesmos procedimentos descritos nos testes, obtendo 110 mL de silicato de sódio.

2.3 Determinação da sílica por espectroscopia do infravermelho

Para realizar a determinação da sílica obtida, escolheu-se o método de espectroscopia do infravermelho (IV), utilizando o modelo Perkin Elmer Spectrum Two, com transformada de Fourier (VFT - IR), fornecido pela empresa WEG S.A.

2.4 Aluminato de sódio

Com a obtenção da solução de silicato de sódio e da sílica, fez-se necessário a realização de uma solução de aluminato de sódio (NaAlO₂), para posteriormente realizar os

dois géis de síntese. Foi realizado dois testes iniciais para preparação da solução de aluminato de sódio (NaAlO_2), no primeiro teste, utilizou-se 22,3 g de alumínio metálico para uma solução de 250 mL de hidróxido de sódio (NaOH), devidamente padronizada e com concentração igual a $2,23 \text{ mol L}^{-1}$. Para realizar o segundo teste, pesou-se 4,81 g de alumínio metálico, e reagiu-se com 80 mL de hidróxido de sódio (NaOH), com concentração igual a $2,23 \text{ mol L}^{-1}$. Com o intuito de preparar a solução de aluminato de sódio final, foi necessário pesar 40,8 g de alumínio metálico, a fim de reagir-lo com uma solução preparada de 500 mL de hidróxido de sódio (NaOH), com uma concentração igual a $2,01 \text{ mol L}^{-1}$.

Como a reação do alumínio metálico e do hidróxido de sódio é exotérmica, ocorre o despreendimento de gás hidrogênio, portanto as reações foram realizadas em capela para exaustão dos gases, em banho de gelo e utilizando os EPI's necessários, como a luva de isolamento térmico. Após a finalização da reação, ou seja, quando todo o alumínio é consumido, ocorre a formação de duas fases, sendo uma fase líquida e uma fase insolúvel e pastosa. Portanto, logo após à conclusão, a solução era filtrada utilizando a filtração simples e armazenada em recipientes de plástico opacos para serem utilizadas posteriormente.

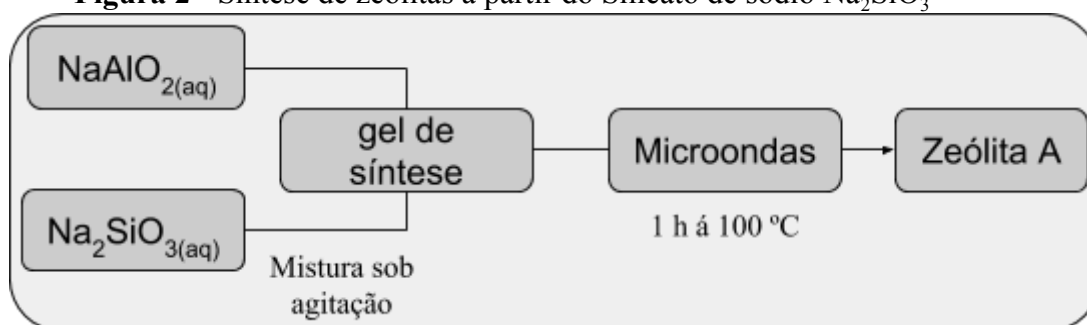
Para realizar a secagem da solução de aluminato de sódio (NaAlO_2), o mesmo era adicionado a um béquer e, posteriormente era levado a placa de aquecimento até que todo o solvente fosse evaporado da solução. Considerando a característica higroscópica do sal produzido, era necessário se realizar a secagem do produto anteriormente ao seu uso.

2.5 Produção do gel de síntese

2.5.1 Gel de síntese produzido a partir do Silicato de sódio Na_2SiO_3

Para produzir o gel de síntese a partir do silicato de sódio, foram adicionados 110 mL da solução de silicato de sódio, em 100 mL da solução de aluminato de sódio. A mistura foi submetida a agitação contínua durante 4 horas, a temperatura de $100 \text{ }^\circ\text{C}$ (Figura 2).

Figura 2 - Síntese de zeólitas a partir do Silicato de sódio Na_2SiO_3

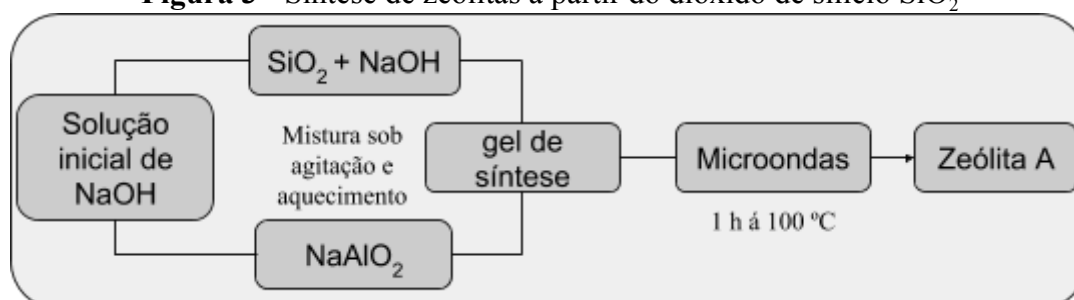


Fonte: Elaborada pela equipe.

2.5.2 Gel de síntese a partir do dióxido de silício SiO_2

Para a elaboração do gel de síntese a partir do dióxido de silício, foram produzidas três soluções. A primeira constituiu em preparar uma solução básica, utilizando 16,0 mL de água deionizada juntamente com 0,150 g de hidróxido de sódio (NaOH), solução esta que foi dividida igualmente em dois béqueres de polipropileno. Em um dos béqueres foram adicionados 1,65 g de aluminato de sódio (NaAlO_2) e no segundo foram adicionados 0,890 g de dióxido de silício (SiO_2), com 1,17 g de NaOH e 1,30 mL de água deionizada. Em seguida, ambas foram homogeneizadas com o auxílio de um agitador magnético, em temperatura ambiente, por 10 minutos. Após a homogeneização, as soluções foram unidas e submetidas a agitação magnética durante 15 minutos, para a formação do gel de síntese (Figura 3).

Figura 3 - Síntese de zeólitas a partir do dióxido de silício SiO_2



Fonte: Elaborada pela equipe.

2.6 Síntese das zeólitas utilizando micro-ondas

Para realizar a síntese da zeólita A no micro-ondas, se fez necessário utilizar duas metodologias, visto que era fundamental possuir conhecimento acerca da potência a ser aplicada. A primeira metodologia foi proposta por Castelli (2017), na qual o gel de síntese foi submetido ao microondas com temperatura constante a 100 °C, durante uma hora, em um

recipiente de teflon. A segunda metodologia utilizada para a potência de 300 W, foi sugerida por Povinelli (2017).

O microondas utilizado para a síntese de zeólitas A, foi o CEM - MDS - 81D Microwave digestion system (EVISA, 2003), cedido pelo laboratório da empresa WEG S.A.

2.7 Métodos de caracterização da zeólita A

Para determinação da capacidade de adsorção da zeólita A, foi selecionado o método utilizando o corante líquido azul de metileno (AM). O método constituiu em utilizar 0,205 g da zeólita em contato com 20,0 mL de solução do corante com concentração igual a 900 mg L⁻¹, em agitação magnética por 30 min. Posteriormente, analisou-se em espectrofotômetro UV-VIS a solução inicial do azul de metileno, cujo concentração era de 900 mg L⁻¹ e, em seguida a solução que ficou em contato com as zeólitas. Para realização da calibração do espectrofotômetro UV-VIS era necessário que se inserisse um branco analítico, sendo este a água deionizada, para zerar a absorbância do solvente no comprimento de onda de 665 nm (OLIVEIRA; AZEVEDO, 2010). Devido a falta de tempo disponível para a realização da análise completa por espectrofotometria, não foi possível realizar uma curva de calibração com o intuito de se obter a concentração real do corante.

2.8 Descartes de resíduos

Todos os resíduos produzidos, foram descartados e neutralizados utilizando as soluções de hidróxido de sódio (NaOH) e ácido clorídrico (HCl) produzidas pelo próprio grupo, visto que, as mesmas eram filtradas após as lixiviações, com o intuito de reaproveitá-las, evitando-se o desperdício tornando os processos mais verdes, de acordo com os princípios da *green chemistry* (LENARDÃO et al., 2003), evitando causar danos ao meio ambiente.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Obtenção da sílica a partir da casca do arroz

Os rendimentos obtidos na extração da sílica para os testes foram de, 12,5 % com a utilização do agitador magnético e, 13,2 % com a agitação mecânica, já na metodologia final obteve-se 11,0 % de rendimento com o uso da agitação mecânica. Com os dados, é possível

observar que a diferença ocasionada no rendimento, devido a utilização de diferentes tipos de agitação não é significativa, visto que os resultados se assemelham.

Os valores presentes na literatura eram que na cinza da casca de arroz haveria maior teor de sílica agregado, sendo superior a 92,0 %, comparado a casca de arroz, que possui em sua composição cerca de 13,0 a 29,0 % (FOLETTTO *et. al.*, 2005), sendo assim, já era esperado que o rendimento não fosse muito alto, o que não corrobora a hipótese presente no projeto, a qual diz que “Será possível efetuar a extração de sílica presente na casca de arroz, com um alto rendimento”, visto que, os rendimentos obtidos se aproximam do mínimo esperado.

Existem diversos fatores que podem ter influenciado no rendimento, como na execução da lixiviação, que houve a aparição de grãos de arroz, sendo um contaminante que acabou permanecendo na amostra, dado que, após a calcinação na mufla surgiram pontos pretos entremeio a sílica (Figura 4), sendo eles o arroz calcinado. Este interferente ocasionou equívocos na massa desejada, pois não fazia parte do analito de interesse, fazendo com que o rendimento diminuísse. Para obter um melhor rendimento, a equipe tomou mais cautela no momento da pesagem das cascas, retirando os contaminantes que estavam visíveis, entretanto esse processo não foi totalmente eficaz, já que alguns grãos de arroz ainda permaneciam e só eram perceptíveis após a calcinação.

Figura 4 - Sílica produzida contendo arroz calcinado



Fonte: Acervo pessoal.

3.2.1 Caracterização da sílica

A análise da sílica foi empregada com o objetivo de verificar a pureza da amostra obtida por meio da calcinação das cascas de arroz. Na Figura 5 é possível visualizar a amostra

da sílica levada ao laboratório da empresa WEG para análise, já na Figura 6, observa-se a banda obtida por espectrometria de infravermelho da sílica.

Figura 5 - Amostra de dióxido de silício (SiO_2) analisada no espectrofotômetro



Fonte: Acervo pessoal.

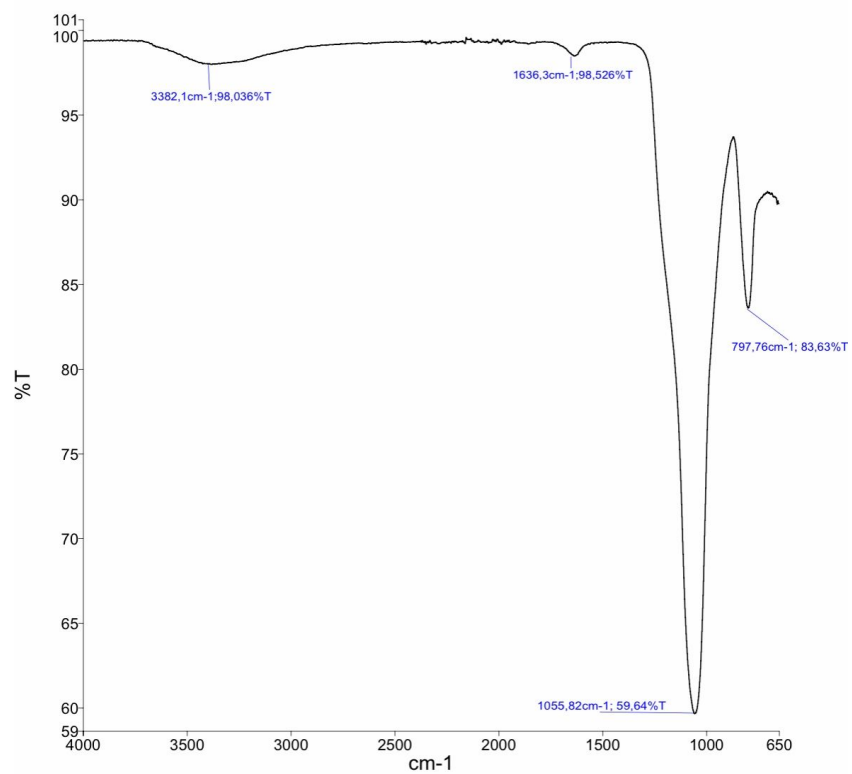


Figura 6 - Banda obtida por espectrometria de infravermelho do dióxido de silício (SiO_2)

A partir do espectro da sílica, encontra-se na região de $3382,1 \text{ cm}^{-1}$ estiramento característico das vibrações -OH de moléculas de água, referentes à deformação axial do SiOH (grupos silanóis) na superfície da sílica (BERNARDES, *et al*, 2011). As bandas presentes nas regiões de $1055,82 \text{ cm}^{-1}$ e $796,76 \text{ cm}^{-1}$, correspondem a modos vibracionais da sílica, (Si-O-Si) e (O-Si-C) respectivamente, indicando a formação da matriz inorgânica e designando que nas partículas híbridas pontes de oxigênio estão conectados a compostos orgânicos e inorgânicos (NASSAR, 2002). Já a banda de região $1636,3 \text{ cm}^{-1}$ corresponde às vibrações das deformações angulares das hidroxilas do H_2O , que compõem a rede inorgânica formada (BERNARDES, *et al*, 2011). Com isso, conclui-se que a lixiviação ácida e a calcinação foram procedimentos efetivos para a extração da sílica presente na casca de arroz.

3.1 Obtenção do silicato de sódio a partir da cinza da casca do arroz

A quantidade de silicato de sódio obtido nos testes e na metodologia final, apresentou um rendimento consideravelmente abaixo do esperado, na metodologia a quantidade a ser obtida era aproximadamente 150 mL de silicato de sódio (FERNANDES, 2006), entretanto, obteve-se apenas 110 mL de solução. Acredita-se que a ineficiência dos meios de aquecimentos utilizados levaram a esse resultado, visto que, ao atingir cerca de $80 \text{ }^\circ\text{C}$ o solvente passava a ebulir e, devido a ineficácia do aquecimento, levava-se muito tempo até atingir a temperatura desejada, logo, boa parte do solvente acabava ebulindo antes que reagisse completamente com a CCA e atingisse a temperatura de $100 \text{ }^\circ\text{C}$.

Como alternativa de melhorar o rendimento e eficiência do procedimento, foi realizado o processo de aquecimento da solução em óleo de soja, visto que este aquece mais facilmente que a água e tem maior ponto de ebulição, fazendo com que a solução atingisse a temperatura desejada mais rapidamente. O rendimento obtido a partir da nova alternativa aumentou cerca de 25 %, se comparado aos testes iniciais, porém ainda ficou abaixo do esperado na metodologia, diante disso, visando o tempo proposto, não realizou-se outros métodos a fim de melhorar a eficiência do rendimento.

3.3 Aluminato de sódio

Para produzir o gel de síntese, era necessário utilizar o aluminato de sódio, que não possuía disponibilidade no laboratório da instituição e, devido ao seu elevado valor agregado era inviável a compra do mesmo. Para a produção do aluminato de sódio, foi empregada a

metodologia proposta por Fernandes (2006). Como se tratava da produção de uma matéria prima que não era tecnicamente conhecida pelos integrantes do grupo, a realização do processo demandou muito mais tempo do que o esperado, prejudicando o tempo de execução de toda a pesquisa, conseqüentemente não havendo tempo hábil para realizar análises mais técnicas acerca do aluminato de sódio, sendo assim, foi realizado um teste simples de coagulação, para caracterizá-lo.

3.3.1 Teste de coagulação com o aluminato de sódio

Como teste para a caracterização do composto NaAlO_2 , realizou-se consulta em fichas de informações de segurança de produtos químicos (FISPQ, 2013), e visou-se que a característica coagulante do mesmo, poderia servir para a realização de um teste de caracterização. Portanto, para execução do teste, era preparado uma mistura entre água e areia até que a mesma se encontrasse em uma dispersão coloidal; após esse procedimento, era adicionado uma quantidade significativa de aluminato de sódio; que posteriormente era deixado em repouso. Após aproximadamente 15 minutos, as soluções passaram a ser límpidas (Figura 7), confirmando a característica do composto obtido.

Figura 7 - Resultado do teste de coagulação



Fonte: Acervo pessoal.

3.4 Gel de síntese

Foram produzidos dois géis de síntese, para realizar a síntese da zeólita A. Um a partir do silicato de sódio e outro a partir do dióxido de silício, visando comparar qual metodologia produziria a zeólita A com maior eficiência.

3.4.1 Gel de síntese a partir do silicato de sódio

O gel produzido a partir do silicato de sódio, demonstrou eficiência e maior rendimento, visto que na adição da solução de aluminato de sódio, o mesmo solidificou instantaneamente, formando um gel viscoso e com coloração mais escura (Figura 8).

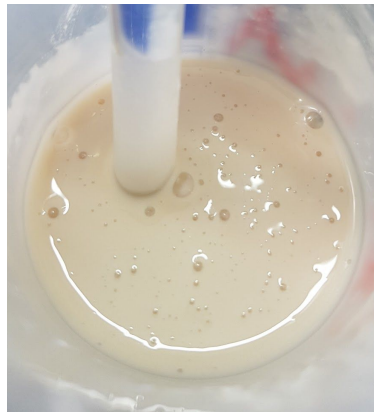
Figura 8 - Solidificação instantânea e formação do gel de síntese.



Fonte: Acervo pessoal.

O gel permaneceu viscoso durante o decorrer das semanas, não perdendo a viscosidade, apenas ficando com a coloração mais clara (Figura 9).

Figura 9 - Gel de síntese após algumas semanas armazenado



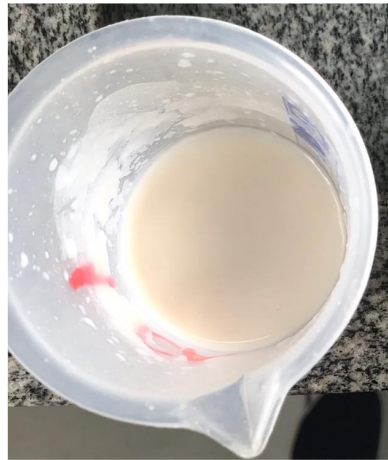
Fonte: Acervo pessoal.

Acredita-se que esta mudança de coloração aconteceu devido ao contato com impurezas do laboratório, em razão da indisponibilidade do microondas na instituição, foi necessário o agendamento com o laboratório da empresa WEG S.A, o que demandou um tempo considerável, ocasionado um possível degradamento da amostra.

3.4.2 Gel de síntese a partir do dióxido de silício

O gel de síntese produzido a partir do dióxido de silício, também se mostrou eficiente, pois ocorreu a solidificação instantânea quando o aluminato de sódio em pó foi adicionado (Figura 10).

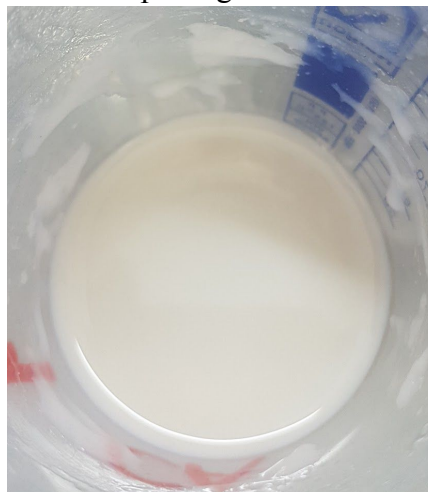
Figura 10 - Gel de síntese no mesmo dia em que foi produzido



Fonte: Acervo pessoal.

O gel formado ficou viscoso e com a coloração clara, entretanto, com o decorrer das semanas, o mesmo ficou líquido, perdendo sua propriedade de viscosidade característica de gel (Figura 11).

Figura 11 - Gel de síntese após algumas semanas de armazenamento



Fonte: Acervo pessoal.

Uma das hipóteses para que este fato tenha ocorrido, é que o aluminato de sódio adicionado para a formação do gel de síntese, não tenha reagido completamente e, devido ao mesmo apresentar característica higroscópica (FISPQ, 2013) pode ter influenciado no gel. A

mesma hipótese pode ser associada ao NaOH adicionado, visto que para a formação do gel era necessário uma grande quantidade do mesmo, sendo adicionado em solução em pó, o que pode ter acarretado em excesso de reagente.

Segundo Burin *et al.* (2008), a utilização de massas consideravelmente pequenas podem ocasionar erros relacionados a pesagem, estabilidade da amostra e calibração da balança analítica, sendo assim, quanto menor a massa utilizada maior é o erro associado. Com isso, podemos concluir que um dos fatores que podem ter influenciado no gel de síntese, foi o uso de massas pequenas, ocasionando equívocos nas amostras obtidas.

3.5 Síntese de zeólitas utilizando o microondas

Para realizar a síntese de zeólitas utilizando o microondas, a metodologia seguida foi a proposta por Castelli (2017), comitadamente com a de Povinelli (2017). Os dois géis de síntese foram transferidos para dois recipientes de teflon próprios para se utilizar no microondas, sendo eles devidamente vedados. Entretanto, apenas um pequeno volume de cada gel foi transferido para os recipientes, com o intuito de executar um teste, utilizando a temperatura de 100 °C, com 300 W de potência, durante uma hora. As amostras permaneceram no microondas apenas por cerca de 15 minutos, pois surgiu um foco de incêndio no interior do equipamento, sendo necessário interromper o procedimento. Portanto, não foi possível executar a metodologia principal utilizando a massa completa dos géis, por medidas de segurança.

O foco de incêndio foi controlado e extinto pelos responsáveis do laboratório de química da WEG S.A, utilizando um extintor, não havendo prejuízos graves e nem ferimentos, apenas o derretimento de um dos recipientes de teflon e do suporte no qual os recipientes estavam inseridos.

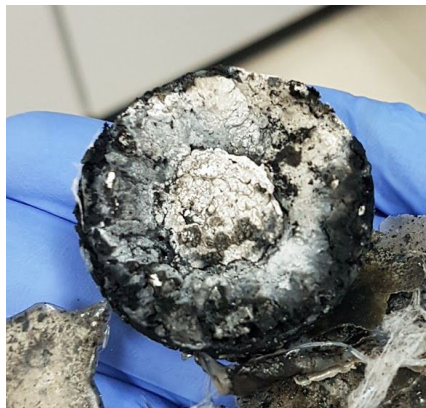
Mediante a este fato, restaram apenas alguns resquícios da amostra, sendo essa do gel produzido a partir do dióxido de silício (Figura 12), pois a amostra do gel produzido a partir do silicato de sódio carbonizou completamente (Figura 13), não sendo possível concluir a metodologia.

Figura 12 - Resquícios da amostra com o gel de síntese a partir do dióxido de silício



Fonte: Acervo pessoal.

Figura 13 - Amostra carbonizada com o gel a partir do silicato de sódio



Fonte: Acervo pessoal.

As hipóteses elaboradas pela equipe para justificar o acontecimento, são de que o modelo do micro-ondas era muito antigo (Figura 14), sendo o proposto na metodologia um modelo mais moderno, o que pode ter prejudicado na definição de potência máxima, já que o mesmo não a apresentava, sendo propenso a haver mais equívocos e uma potência além de 300 W, que era desejada.

Figura 14 - Modelo de micro-ondas utilizado



Fonte: EVISA, 2003.

Outro ponto, é que como o aluminato de sódio foi produzido a partir do alumínio metálico, e na realização do procedimento apenas parte do alumínio total se dissolvia durante a reação, acredita-se que devido a presença do alumínio no gel de síntese, este tenha sido um dos principais precursores do incêndio. Pois, segundo Ecycle (2018) os metais são excelentes condutores de energia, e se levados ao micro-ondas devido ao contato com os campos elétricos e magnéticos do aparelho, geram uma corrente elétrica, ocasionando um incêndio.

3.5.1 Caracterização da Zeólita A

Com o resíduo obtido da amostra com o gel de síntese a partir do dióxido de silício, foi realizado uma caracterização utilizando o corante azul de metileno. A análise da capacidade de adsorção da zeólita A, foi executada com o intuito de verificar se em meio aos resquícios obtidos os mesmos apresentavam capacidades adsorptivas, características do produto desejado. A solução inicial do azul de metileno cujo concentração era de 900 mg L⁻¹ apresentou uma absorvância de 2138, quando analisada no espectrofotômetro UV-VIS, já a solução que ficou em contato com as zeólitas foi, apresentou absorvância de 2215. Considerando o resultado, fica claro que a zeólita produzida não possui capacidade adsorptiva como se era esperado.

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Com os resultados obtidos para a síntese da zeólita, conclui-se que o objetivo principal do trabalho não foi alcançado, dado que não foi possível obter o produto final. Porém, obtivemos resultados positivos quanto a obtenção da sílica, e a formação do gel de síntese a partir do silicato de sódio.

A respeito da obtenção da sílica, o rendimento obtido foi dentro do esperado, considerando que sílica corresponde cerca de 13 a 29% da massa da casca de arroz. Além de ser possível identificar os grupos funcionais, através da banda obtida por meio da espectroscopia de infravermelho.

Em relação a formação dos géis de síntese com base nas duas metodologias distintas, foi possível observar a eficiência do gel proveniente do silicato de sódio, visto que este apresentou características mais plausíveis, como o rendimento, viscosidade e coloração da amostra.

Acerca do produto final, zeólita A, não foi possível obter êxito. Em razão, de que no teste de adsorção com o azul de metileno, foi possível observar a partir do espectrofotômetro UV - vis, que os resquícios da amostra não possuíam a propriedade de adsorção, sendo característica principal da zeólita A. Além da precariedade das amostras, não havia tempo hábil para realizar uma análise através da espectroscopia de infravermelho, para a obtenção de dados mais concretos a respeito da zeólita.

Conclui-se que, houve um grande nível de dificuldade para a execução da presente pesquisa, visto que, era necessário o uso de equipamentos e reagentes não disponíveis na instituição, demandando mais tempo para a realização efetiva dos processos, impossibilitando a realização de mais testes a fim de identificar os possíveis erros que ocorrem. Entretanto, considera-se de suma importância o estudo e síntese de zeólitas, pois são utilizadas em grande escala nas indústrias, sendo de grande potencial na área da química, tornando-se uma alternativa para o reaproveitamento de resíduos, como a casca de arroz e sua cinza.

5. AGRADECIMENTOS

Agradecemos primeiramente ao Instituto Federal de Santa Catarina - Campus Jaraguá do Sul - Centro, pelo incentivo e espaço cedido para que a pesquisa científica seja executada por meio do projeto Conectando Saberes, ao professor Claudio Cascaes pela orientação do trabalho, aos professores Juliano Ramos e Débora Martinez pelas ajudas oferecidas que contribuíram para a realização do projeto, a técnica do laboratório têxtil que disponibilizou o uso da estufa, a técnica e aos estagiários do laboratório de química nos auxílios dos equipamentos. Agradecemos também à empresa Urbano Agroindustrial LTDA, pela doação de nossas matérias primas, a empresa WEG S.A. por ter disponibilizado o uso do microondas para síntese da zeólita A e ao estagiário do laboratório da empresa, que nos auxiliou nos imprevistos.

6. REFERÊNCIAS

BERNARDES, Arthur Alaím et al. MATERIAIS SiO₂-TiO₂ PARA A DEGRADAÇÃO FOTOCATALÍTICA DE DIURON. *Química Nova*. v. 34, n. 8, p.1343-1348, out. 2011. Disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/qn/v34n8/09.pdf>>. Acesso em: 14 nov. 2018.

BURIN, Rafael et al. **Validação de uma metodologia analítica para determinação de cálcio em produtos cárneos**. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, Campinas, v. 28, n. 4, p.973-978, dez. 2008.

CASTELLI, Yasmin Alves de. **SÍNTESE DE ZEÓLITA A USANDO FORNO DE MICRO-ONDAS**. 2017. 10 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Química e de Materiais, Departamento de Engenharia Química e de Materiais, PUC Rio, Rio de Janeiro, 2017. Disponível em: <http://www.puc-rio.br/pibic/relatorio_resumo2017/relatorios_pdf/ctc/DEQM/DEQM-Yasmin%20Castelli.pdf>. Acesso em: 13 maio 2018.

COOMBS, D.S. (1955): X-ray observations on wairakite and non-cubic analcime. Mineral. Mag. 30, 699-708.

DELLA., Viviana Possamai. **SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DO PIGMENTO CERÂMICO DE HEMATITA, OBTIDA A PARTIR DE CAREPA DE AÇO, ENCAPSULADA EM SÍLICA AMORFA OBTIDA A PARTIR DE CASCA DE ARROZ**. 2005. 146 f. Tese (Doutorado) - Curso de Doutorado em Ciências e Engenharia de Materiais (Área: Materiais Particulados), Universidade Federal de Santa Catarina, Brasil, 2005. Disponível em: <<https://repositorio.ufsc.br/bitstream/handle/123456789/102341/221573.pdf?sequence=1>>. Acesso em: 09 abr. 2018.

ECYCLE. **Entenda o que pode acontecer ao usar papel alumínio no micro-ondas**. Disponível em: <<https://www.ecycle.com.br/6448-papel-aluminio-no-microondas.html>>. Acesso em: 17 nov. 2018.

EVISA. **Instrument Database: CEM - MDS-81D Microwave digestion system**. 2003. Disponível em: <<http://www.speciation.net/Database/Instruments/CEM/MDS81D-Microwave-digestion-system-:i3103>>. Acesso em: 14 nov. 2018.

FERNANDES, Alberto de Andrade. **SÍNTESE DE ZEÓLITA E WOLASTONITA À PARTIR DA CINZA DA CASCA DO ARROZ**. 2006. 108 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciências na Área de Tecnologia Nuclear, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006. Disponível em: <<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/85/85134/tde-08062007-145111/pt-br.php>>. Acesso em: 14 maio 2018.

FICHAS DE INFORMAÇÕES DE SEGURANÇA DE PRODUTOS QUÍMICOS. **NBR 14725: ALUMINATO DE SÓDIO**. Cataguases: Hidroazul, 2013. 11 p. Disponível em: <<http://www.hidroazul.com.br/ManagerHidro/uploads/arquivos/201312060213512.pdf>>. Acesso em: 17 nov. 2018.

FOLETTO, Edson Luiz et al. **APLICABILIDADE DAS CINZAS DA CASCA DE ARROZ**. Química Nova, Santa Maria - RS, v. 28, n. 6, p.1055-1060, 10 ago. 2005. Disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/qn/v28n6/26837.pdf>>. Acesso em 01 abril de 2018.

LENARDÃO, Eder João et al. Green chemistry: os 12 princípios da química verde e sua inserção nas atividades de ensino e pesquisa. **Química Nova**, [s.l.], v. 26, n. 1, p.123-129, jan. 2003. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0100-40422003000100020>. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0100-40422003000100020>. Acesso em: 15 nov. 18.

MELO, C. R.; RIELLA, H. G.. **Síntese de zeólita tipo NaA a partir de caulim para obtenção de zeólita 5A através de troca iônica**. 2010. 8 f. Tese (Doutorado) - Curso de Cerâmica, Universidade de Santa Catarina, Florianópolis, 2010. Disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/ce/v56n340/v56n340a05.pdf>>. Acesso em: 15 nov. 2018.

NASSAR, Eduardo José; RIBEIRO, Younès Messaddeq e Sidney José Lima. **INFLUÊNCIA DA CATÁLISE ÁCIDA E BÁSICA NA PREPARAÇÃO DA SÍLICA FUNCIONALIZADA PELO MÉTODO SOL-GEL**.

Química Nova, v. 25, n. 1, p.27-31, 2002. Disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/qn/v25n1/10420.pdf>>. Acesso em: 14 nov. 2018.

NITZKE, Julio Alberto; BRIEDRZYCKI, Aline. **Terra de Arroz: O grão**. Disponível em: <http://www.ufrgs.br/alimentus1/terraearroz/grao/gr_apresenta.htm>. Acesso em: 13 maio 2018.

OLIVEIRA, Elisa M. N. de; AZEVEDO, Carla M. N.. **Caracterização de zeólitas visando seu uso em tratamento de efluentes**. 2010. 3 f. - Curso de Engenharia e Tecnologia de Materiais, Pucrs, Rio Grande do Sul, 2010. Disponível em: <http://www.pucrs.br/edipucrs/XISalaoIC/Ciencias_Exatas_e_da_Terra/Quimica/83531-ELISAMAGNONUNE_SDEOLIVEIRA.pdf>. Acesso em: 19 maio 2018.

PETKOWICZ, Diego Ivan. **ZEÓLITAS SINTETIZADAS COM FONTES ALTERNATIVAS DE SILÍCIO E ALUMÍNIO. APLICAÇÃO EM FOTOCATÁLISE**. 2009. 124 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Programa de Pós- Graduação em Ciências dos Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2009. Disponível em: <<http://www.lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/16779/000704554.pdf?sequence=1>>. Acesso em: 25 abr. 2018.

POVINELLI, Ana Paula Ribeiro. **Otimização da síntese das zeólitas NaA e NaX utilizando radiação de micro-ondas para aplicação como agentes hemostáticos coagulantes**. 2017. 78 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Biofísica Molecular, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas Departamento de Física, São José do Rio Preto, 2017. Disponível em: <https://repositorio.unesp.br/bitstream/handle/11449/151218/povinelli_apr_me_sjrp.pdf?sequence=3>. Acesso em: 5 nov. 2018.

SANTOS, Reus T. Rigo Diego I. Petkowicz Sibeles B. C. Pergher João H. Z. dos et al. **Um novo procedimento de síntese da zeólita A empregando argilas naturais**. 2009. Disponível em: <http://quimicanova.sbq.org.br/imagebank/pdf/Vol32No1_21_03-AR07470.pdf>. Acesso em: 13 maio 2018.