



HAL
open science

Synthesis of zeolite A under sonohydrothermal conditions and investigation of its conversion into sodalite

William'S Nzodom Djozing, Sergey I. Nikitenko, Sabine Valange, Tony Chave

► **To cite this version:**

William'S Nzodom Djozing, Sergey I. Nikitenko, Sabine Valange, Tony Chave. Synthesis of zeolite A under sonohydrothermal conditions and investigation of its conversion into sodalite. JSUP23 - Journées Scientifiques Ultrasons et Procédés, Dec 2023, Lyon, France. hal-04768713

HAL Id: hal-04768713

<https://hal.science/hal-04768713v1>

Submitted on 6 Nov 2024

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Synthèse de la zéolithe A dans des conditions sonohydrothermales et étude de sa conversion en sodalite

*William's Nzodom¹, Tony Chave¹,
Sabine Valange², Sergey I. Nikitenko¹*

¹Marcoule Separative Chemistry Institute (ICSM), UMR-5257CEA,CNRS,ENSCM, Marcoule Site, BP 17171, F-30207 Bagnols-sur-Cèze

²IC2MP, UMR CNRS 7285, Université de Poitiers, ENSI Poitiers, Poitiers, France



UNIVERSITÉ DE
MONTPELLIER



Synthèse de matériaux poreux

Ancienne voie de synthèse

Nouvelle voie de synthèse

Synthèse hydrothermale

-> Chimie durable

-> Chimie fine

-> **Ultrasons de puissance**

Avantages

-> Maîtrisée

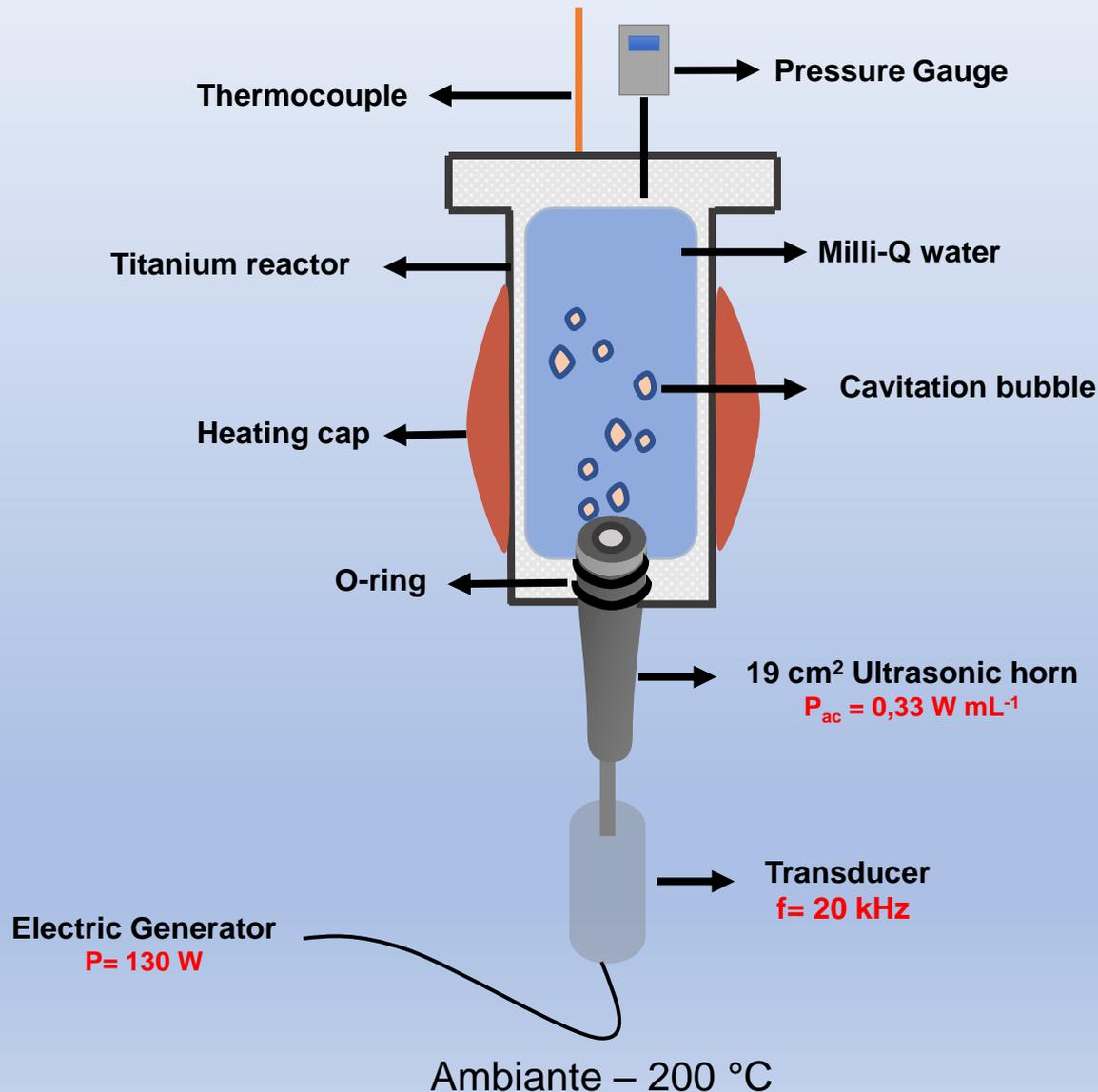
-> Efficace

Inconvénients

-> Chronophage

-> Energivore

Réacteur Sonohydrothermal (SHT)



Couplage ultrasons
et conditions
hydrothermales

C.Cau & al, J Phys Chem
C117(44)(2013) 22827-
22833

Qu'est-ce qu'une
zéolithe?

Une zéolithe



Les zéolithes sont des solides cristallisés microporeux, comportant un réseau de canaux régulier et organisé leur conférant des propriétés uniques d'activité et de sélectivité faisant d'elles un matériau de choix dans l'industrie comme catalyseurs, adsorbants ou supports.



Système de de canaux dans la mordénite accessible pour la diffusion de cations et de molécules

Dépollution de l'air et
de l'eau

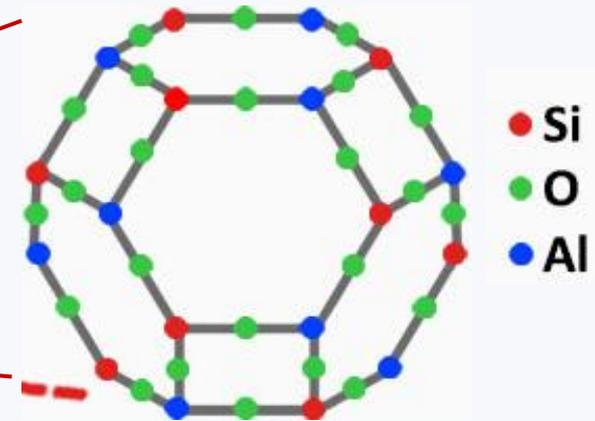
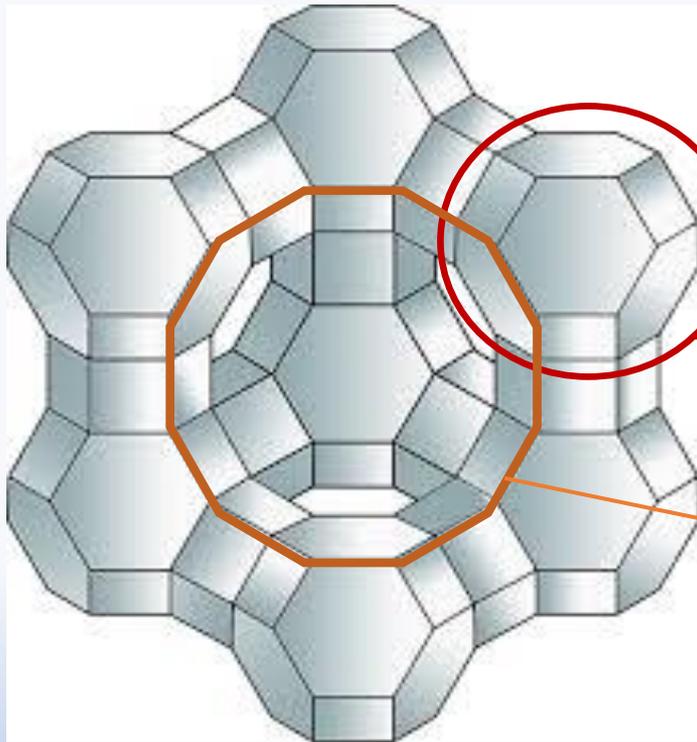
Pétrochimie

Applications
industrielles

Catalyse hétérogène

Capture du CO₂

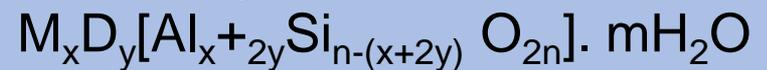
Exemple de zéolithe avec cage sodalite



Supercage

Zéolithe Y de type structural FAU

Formule générale d'une zéolithe:

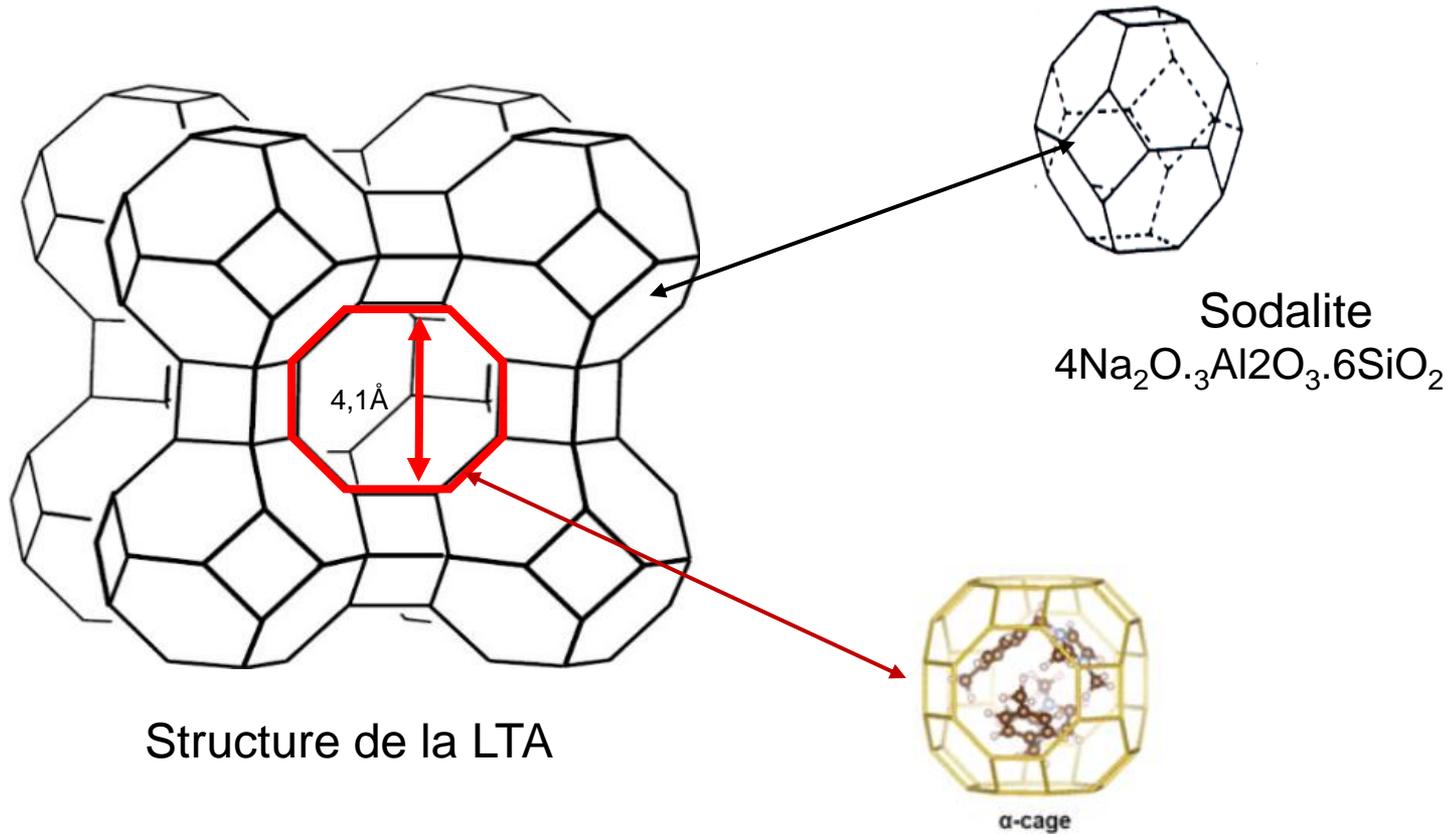


Eur. J. Mineral. 1998, 10, 1037-1081

The Crystal Chemistry of Zeolithe, E. Paaglia et Richard A. Sheppard

M= monovalent
D= divalent

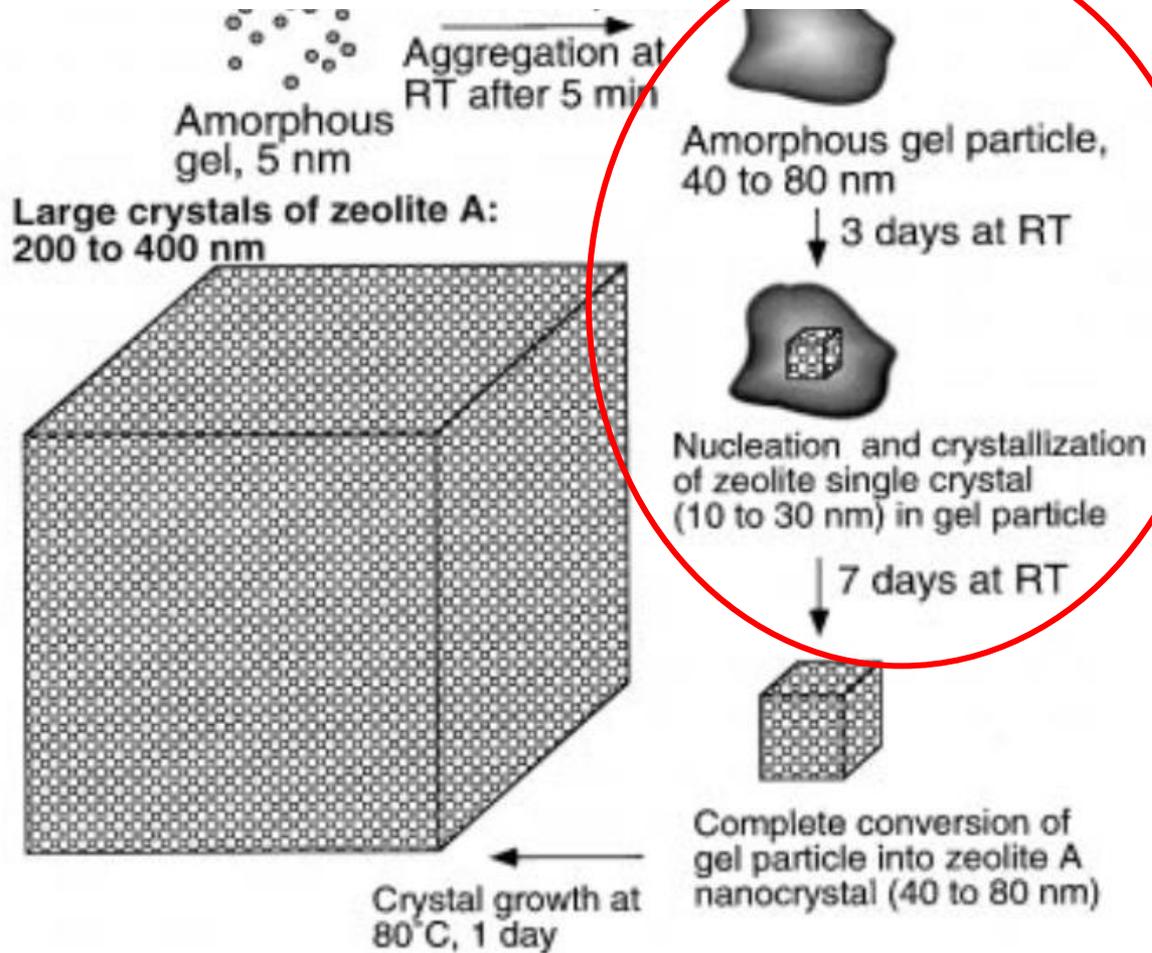
Zéolithe A de type LTA



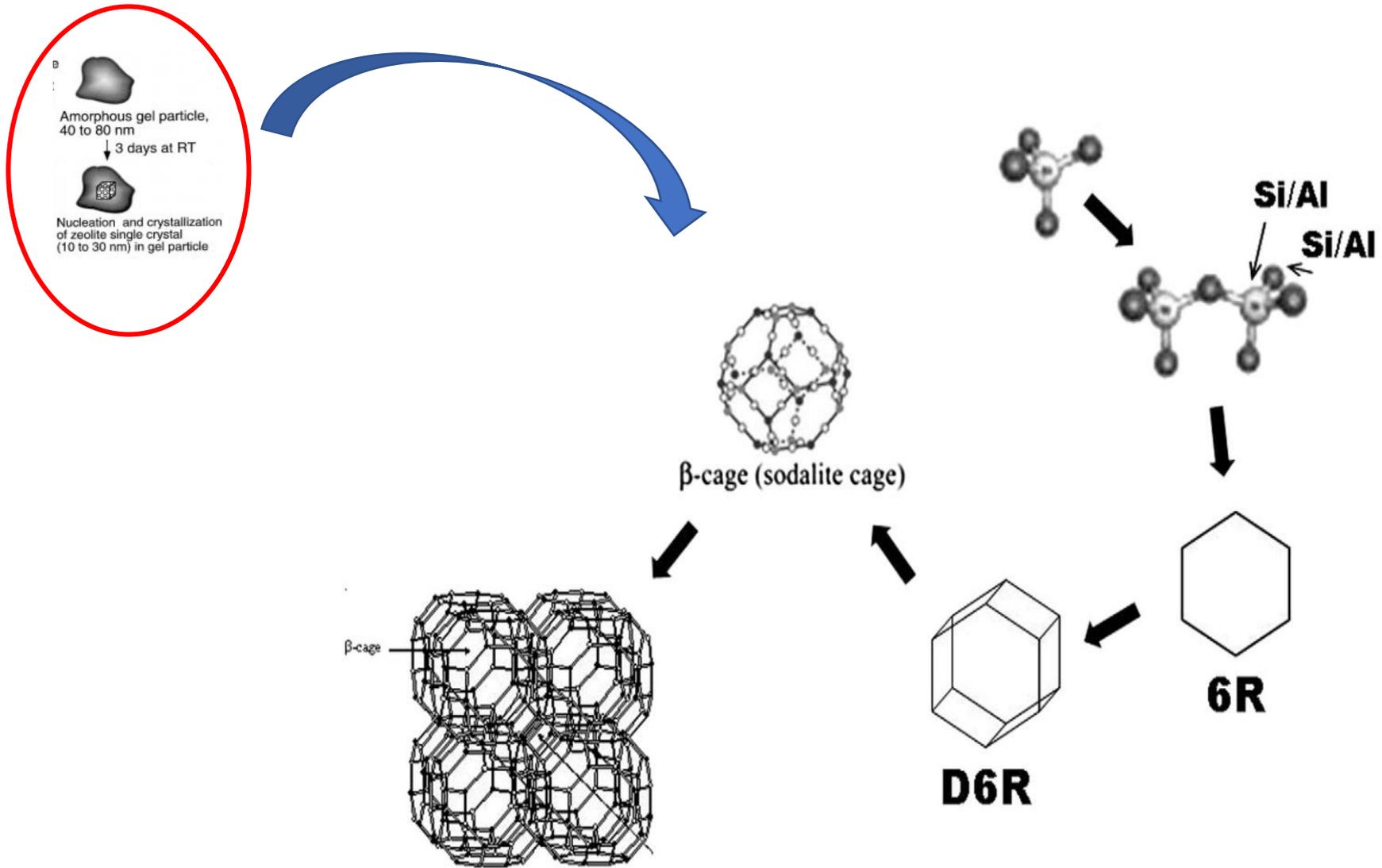
Formule de la LTA



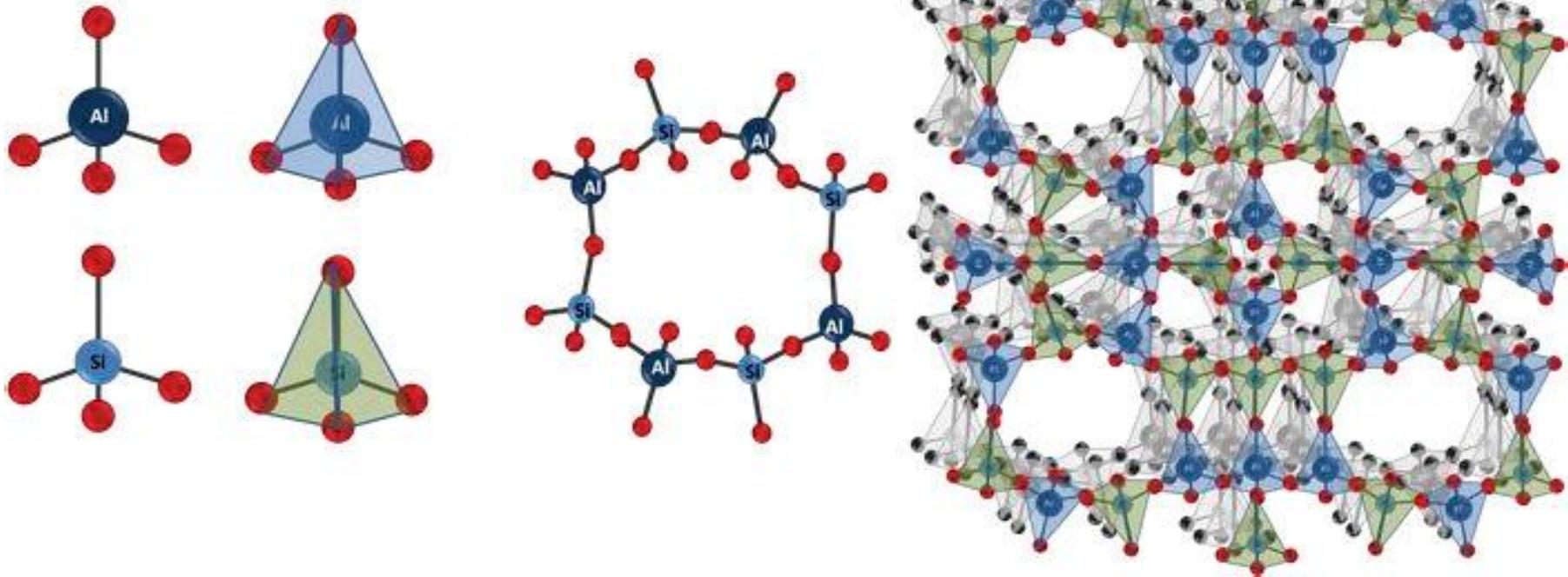
Cristallisation classique des zéolithes



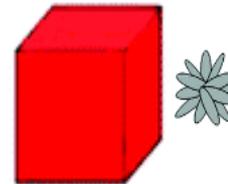
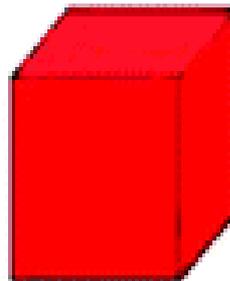
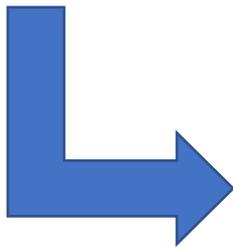
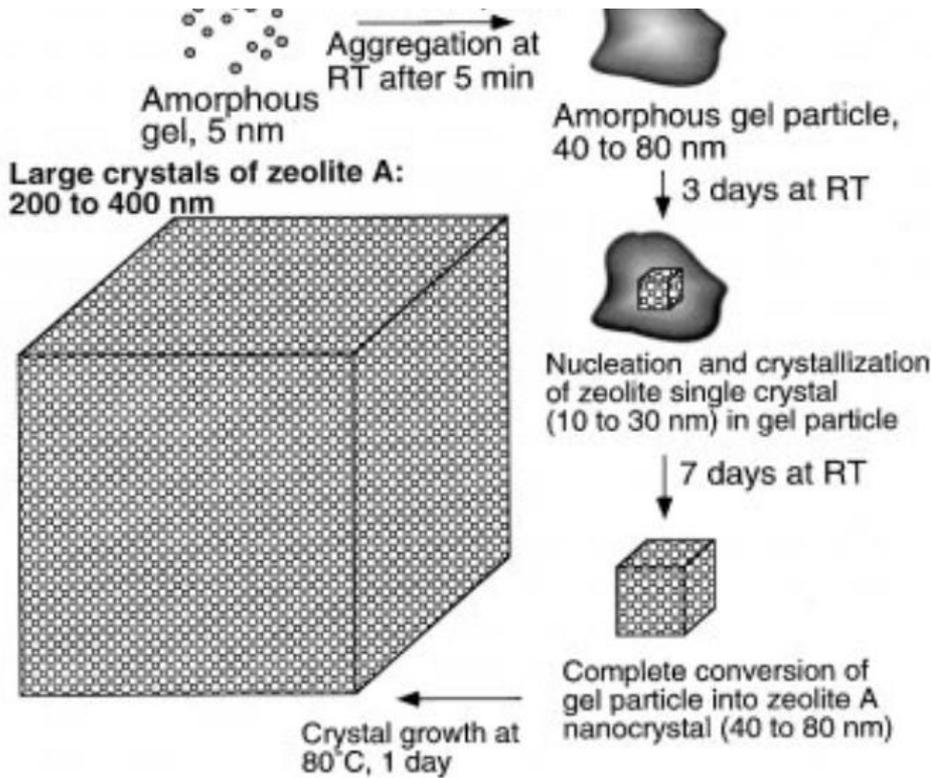
Cristallisation classique des zéolithes



Exemple d'assemblage de tétraèdres permettant de construire un réseau zéolithique de type LTA

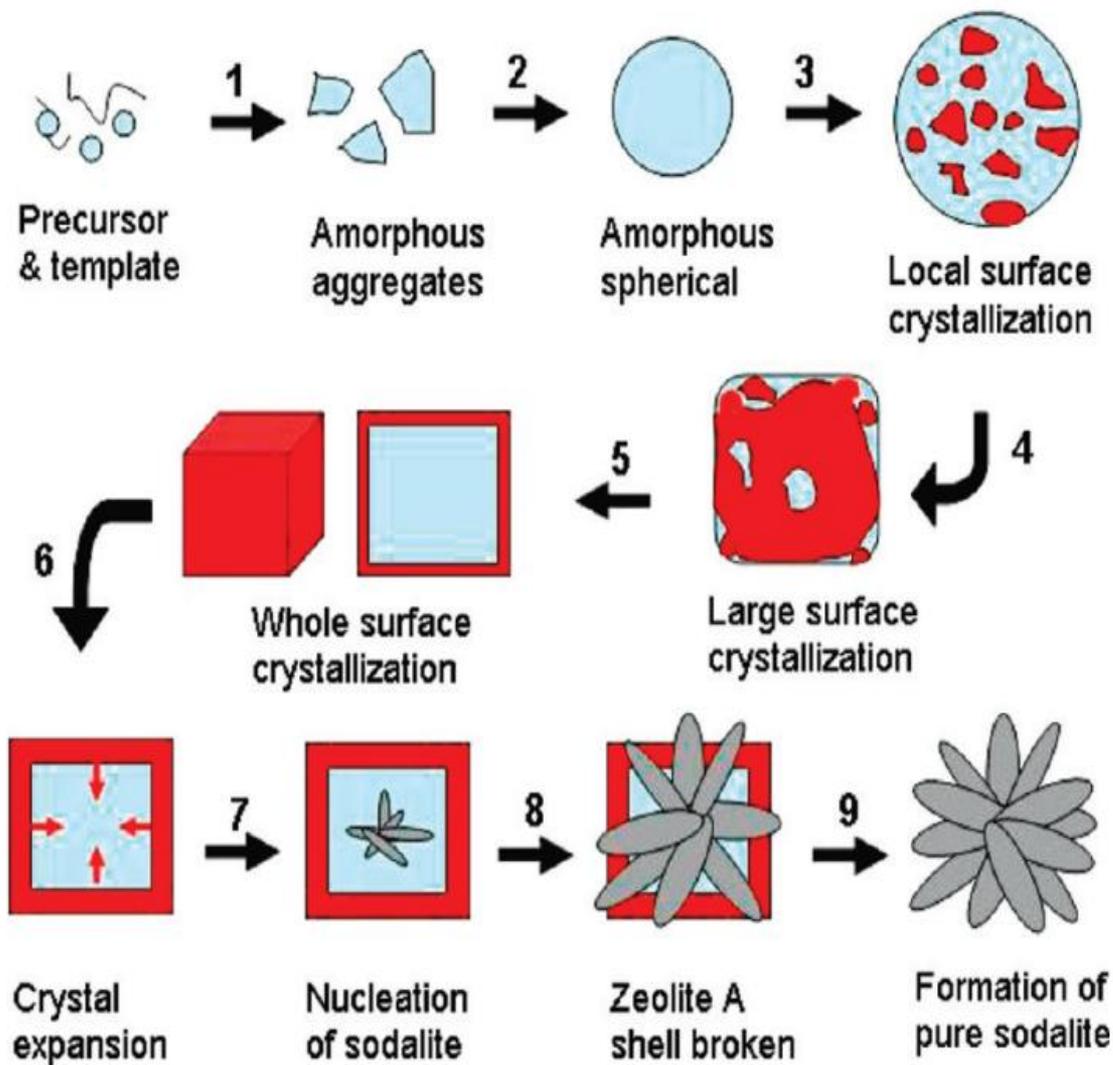


Cristallisation classique des zéolithes



Transformation de la LTA en sodalite

NOUVELLE VOIE DE CROISSANCE CRISTALLINE ET TRANSFORMATION DE PHASE DE LA ZÉOLITE A EN SODALITE

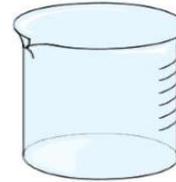


Section expérimentale

Synthèse de la zéolithe LTA

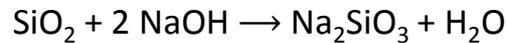


+



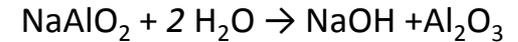
gel de silice:

- 1,6 g de silice fumée
- 21 mL de de solution d'hydroxyde de sodium 3 M



Solution d'aluminium

- 4,7 g de sodium d'aluminate
- 27 mL d'eau milliQ



Agitation mécanique 30 minutes (25 °C)
ou 20 kHz US, 70% amplitude, 30 minutes (70 °C), P_{ac} : 30W



Réacteur SHT

SHT conditions expérimentales:

20 kHz, 100 °C, P_{ac} : 10W

Pression autogène (1,4 bar)

50 mL de gel



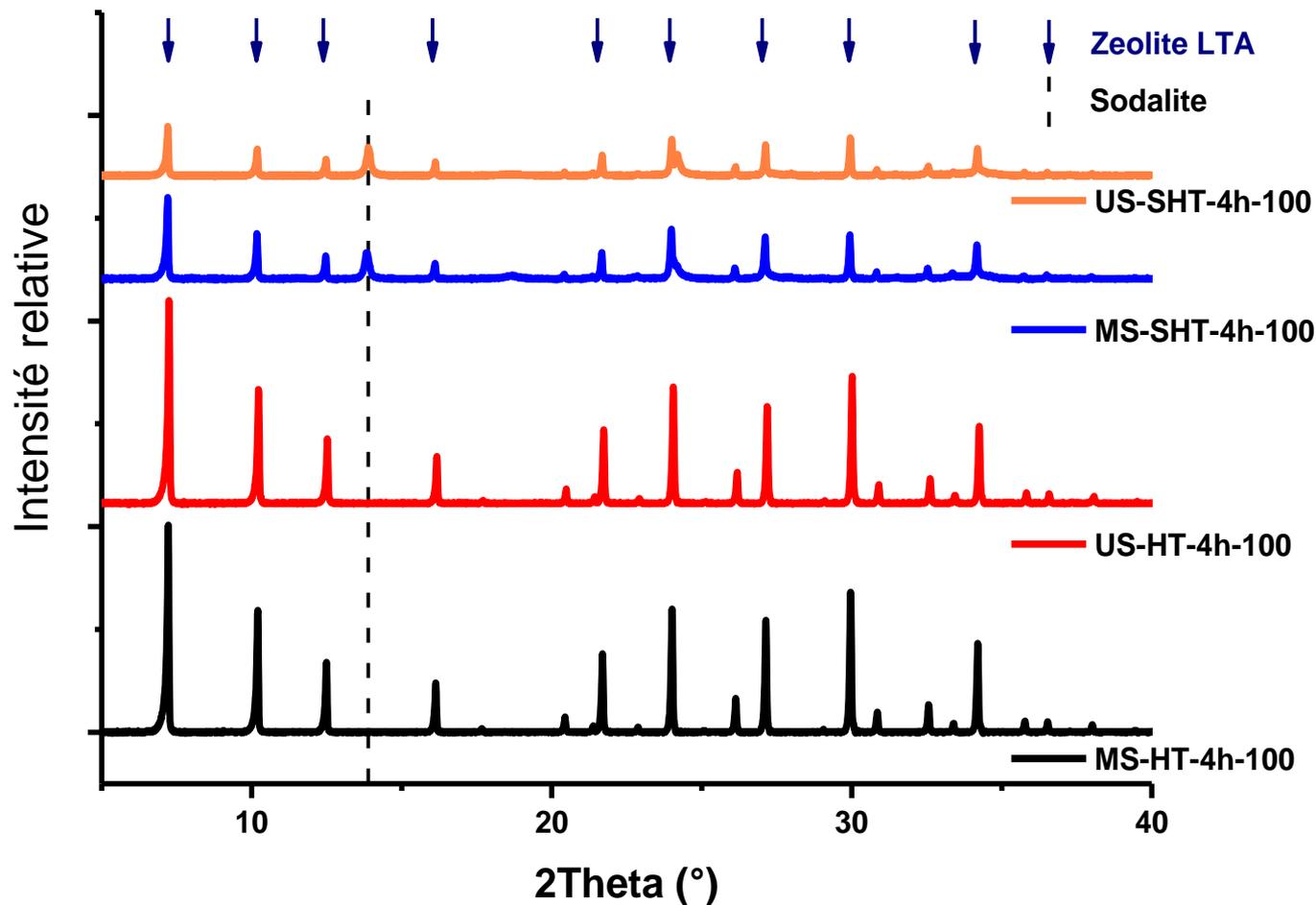
Hydrothermale

Réacteur Parr, conditions expérimentales:

80 °C - 150 °C, 4 h - 12 h

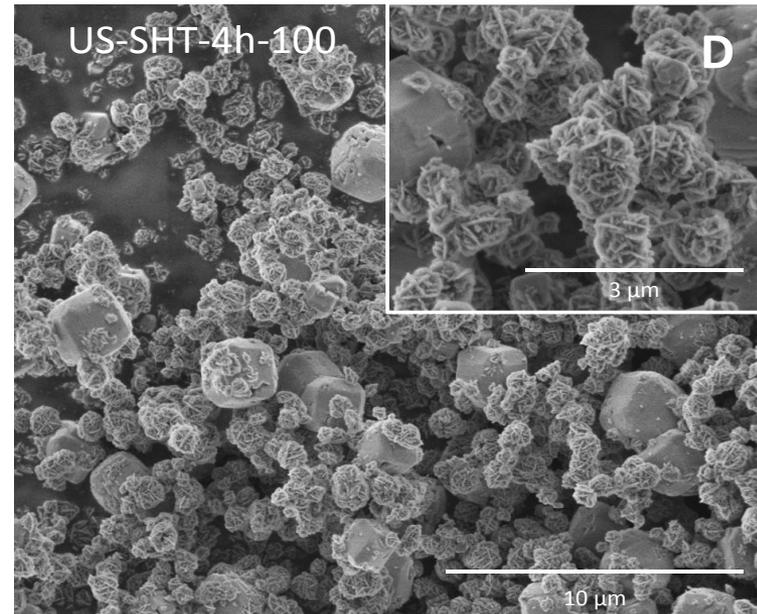
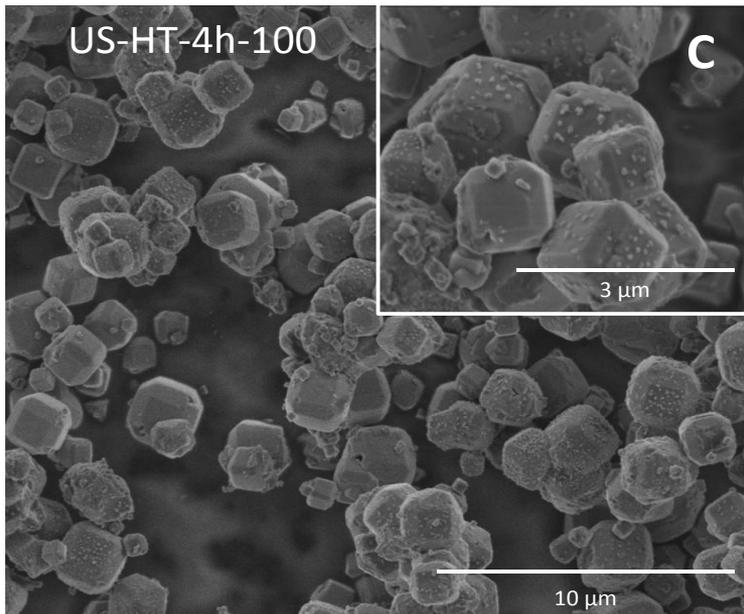
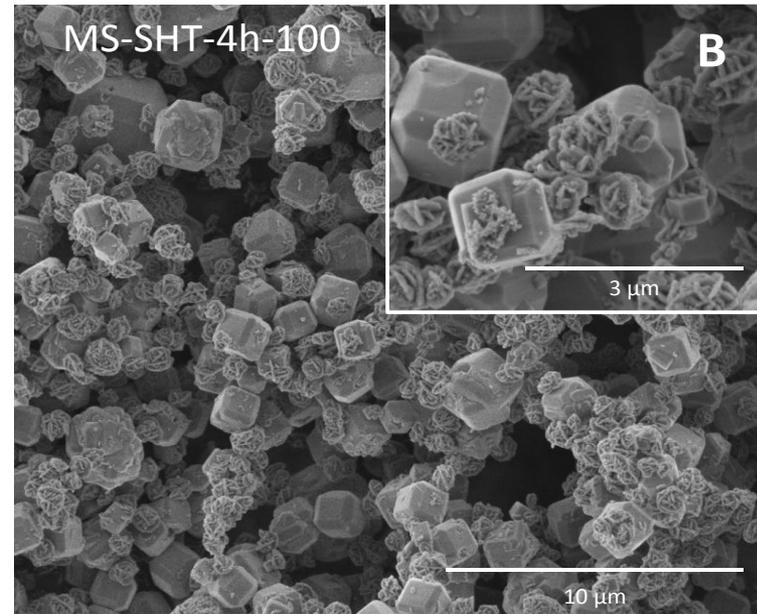
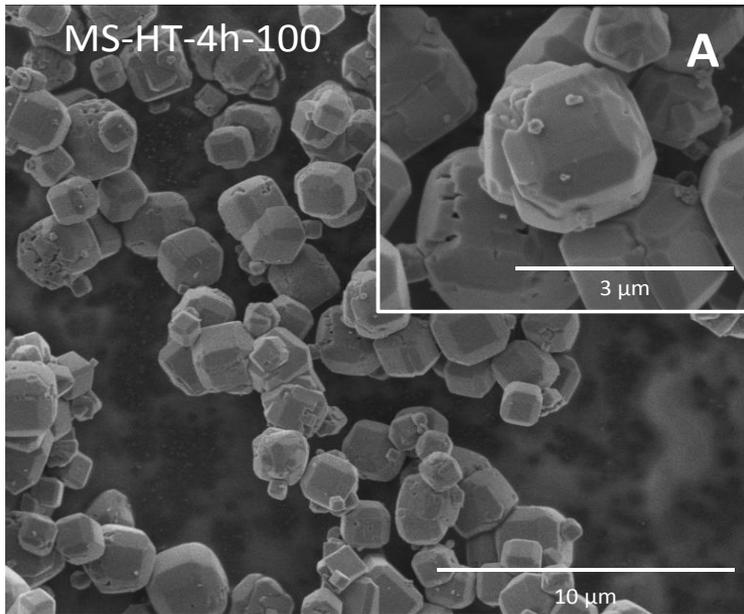
Comparaison des deux méthodes
de synthèse
Hydrothermale Vs SHT

Diffractogramme des composés obtenus



En hydrothermal, la sodalite ne se forme pas à 100 °C pour des temps de synthèse courts

Clichés MEB des composés



A température et durée de synthèse équivalente la sodalite n'est obtenue que pour les composés synthétisés sous ultrasons



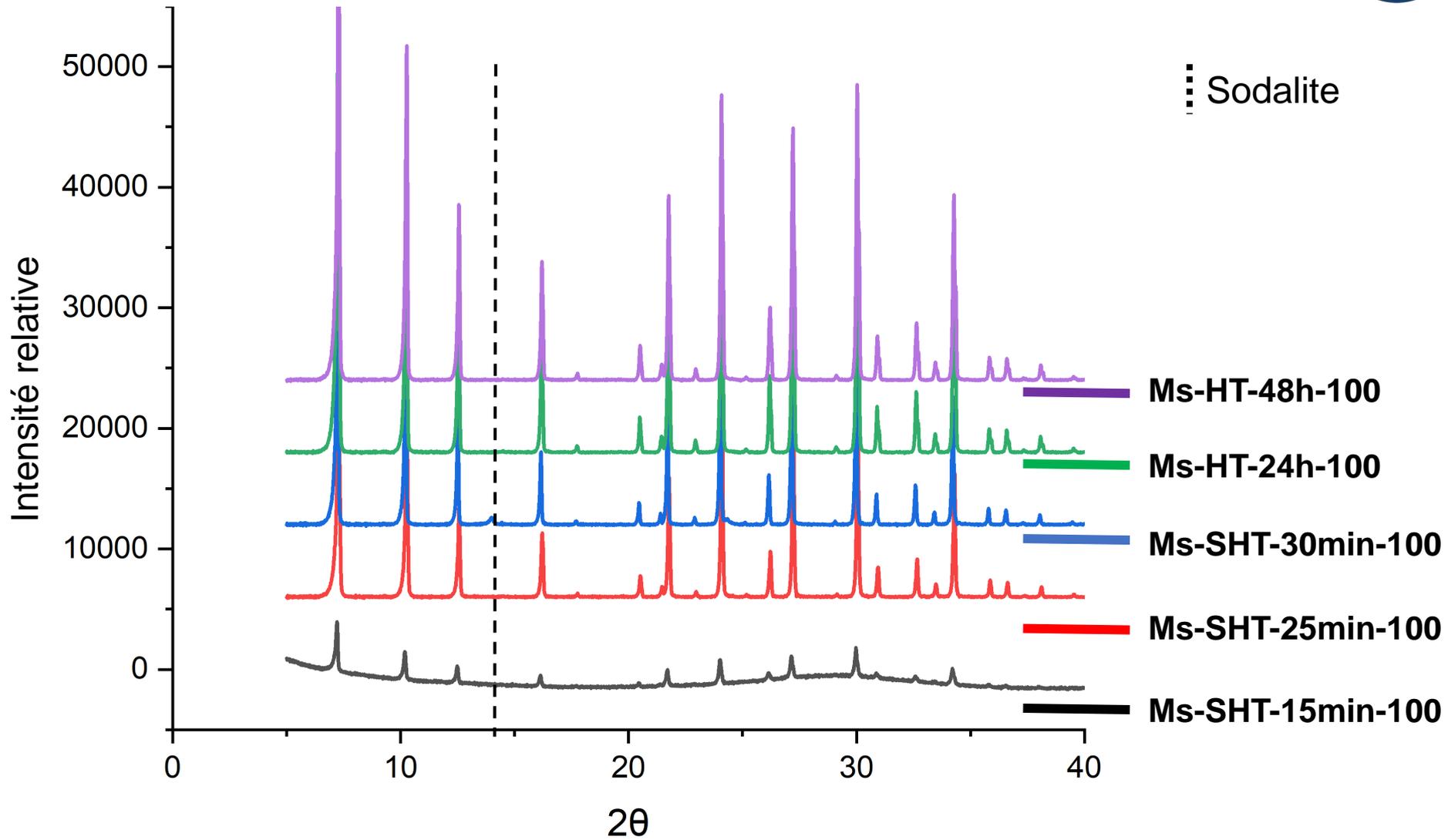
UNIVERSITÉ DE
MONTPELLIER



IC2MP
Institut de Chimie des Matériaux et de Montpellier des Polymères

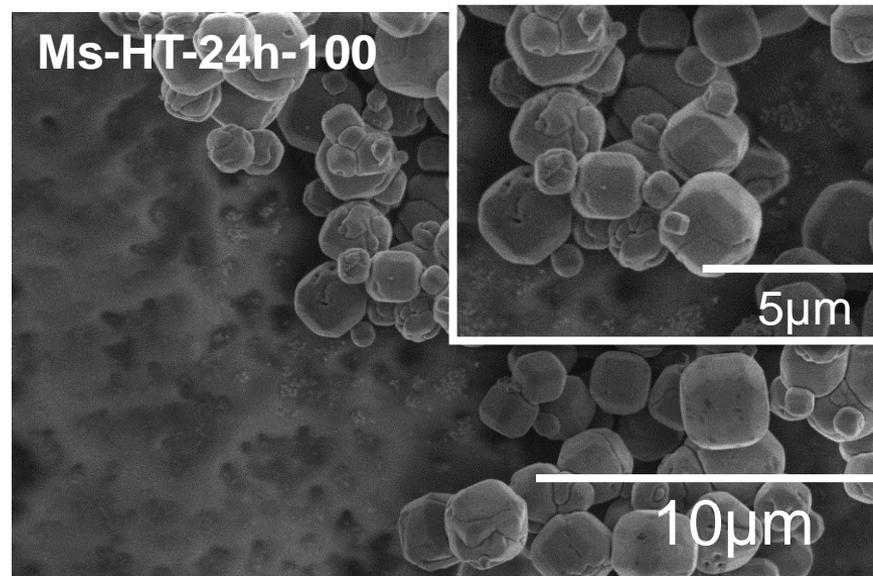
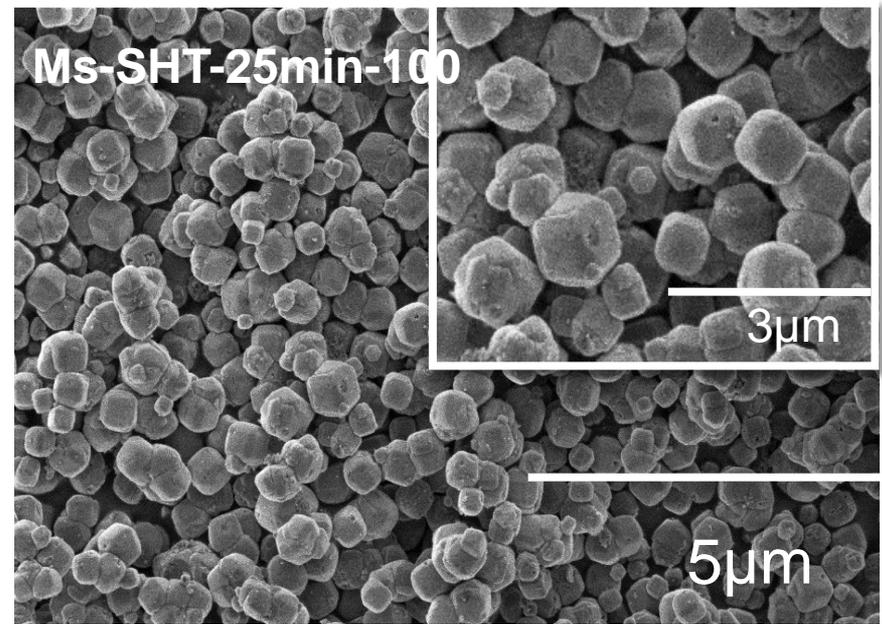
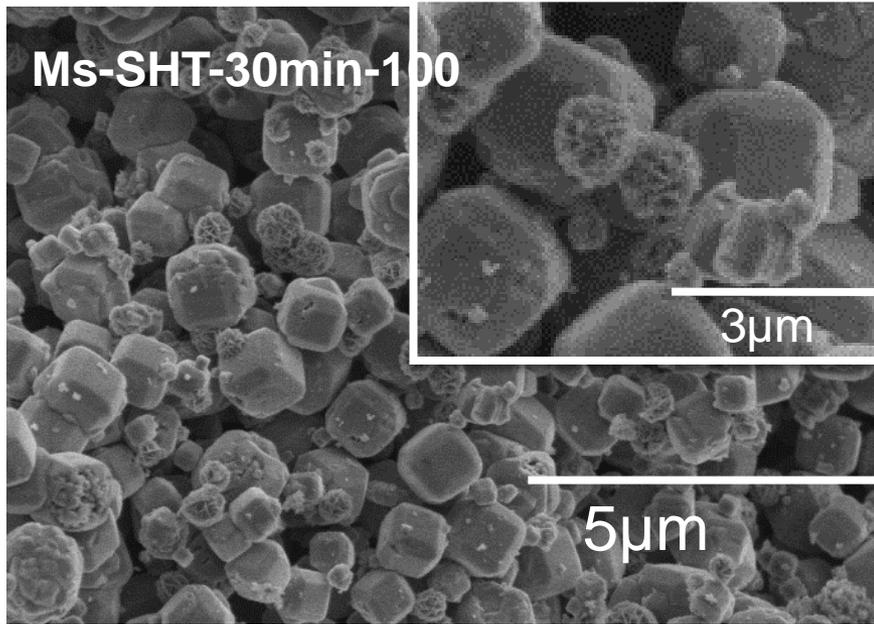
Influence du traitement thermique et du temps sur la transformation de la phase sodalite

Diffractogrammes des composés en fonction du temps et du type de synthèse



Conversion de la LTA en sodalite plus rapide en SHT

Clichés MEB



Le traitement SHT

- Accélère la cinétique de conversion du gel amorphe en LTA
- Accélère la cinétique de conversion de la LTA en sodalite d'un facteur supérieur à 96 par rapport à la synthèse hydrothermale



UNIVERSITÉ DE
MONTPELLIER



IC2MP
Institut de Chimie des Matériaux et Molécules du Montpellier

Influence de la puissance acoustique

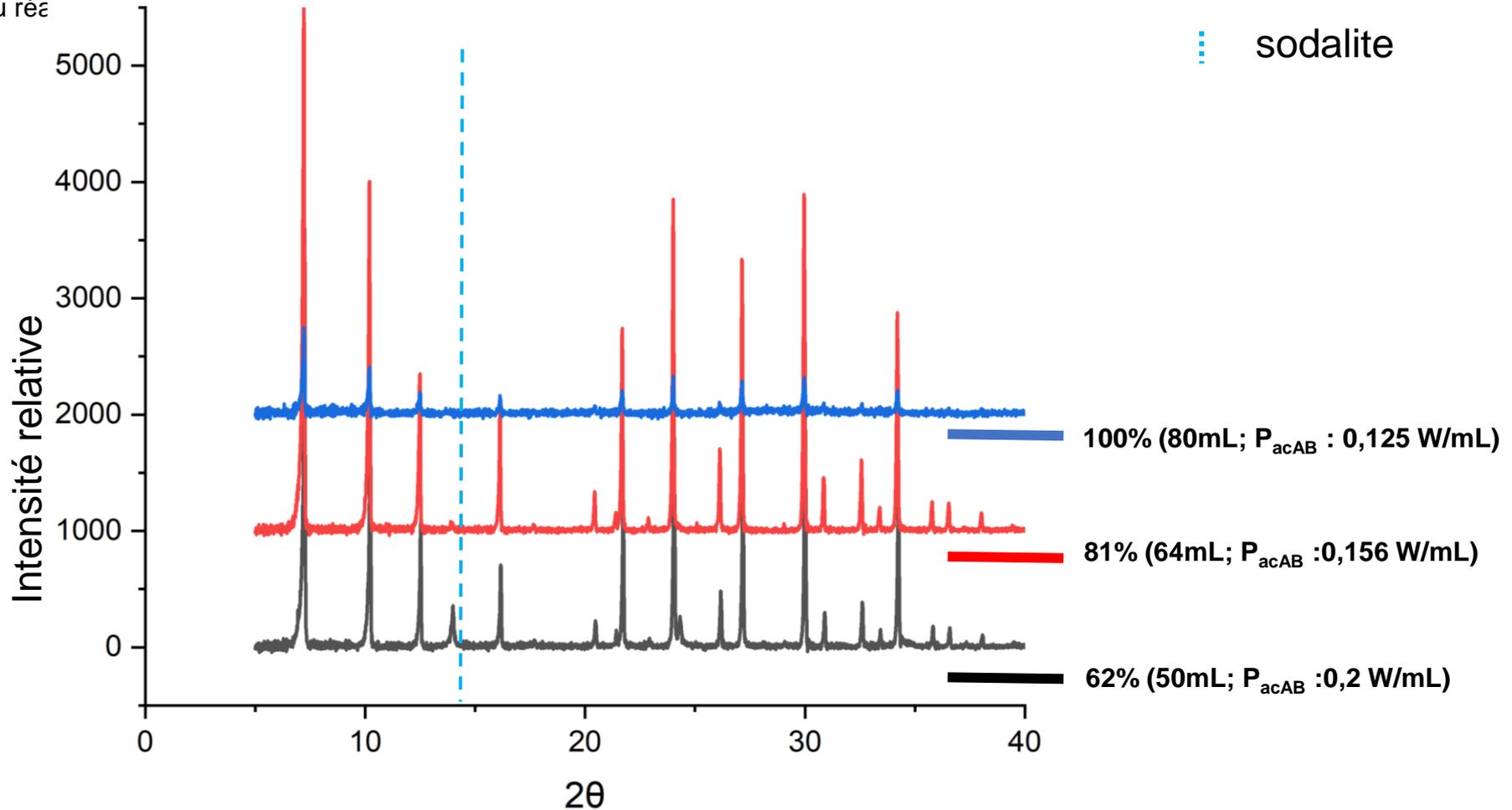
Diffractogrammes des composés en fonction du taux de remplissage



SHT 100 °C_1H

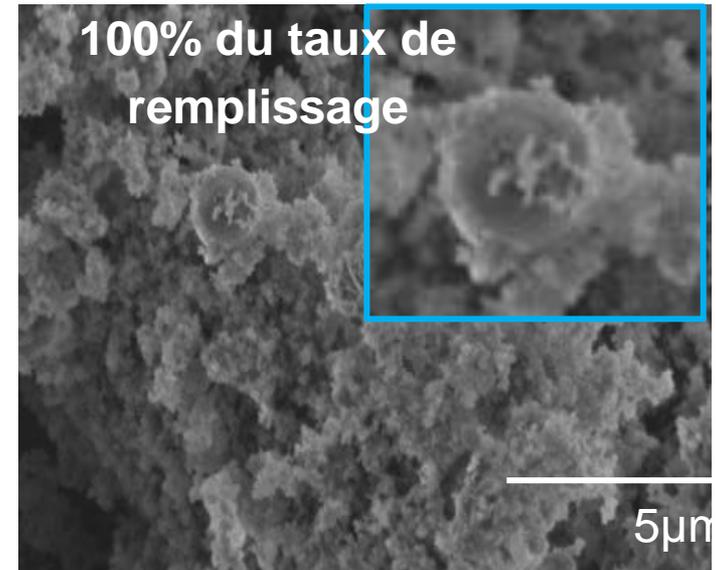
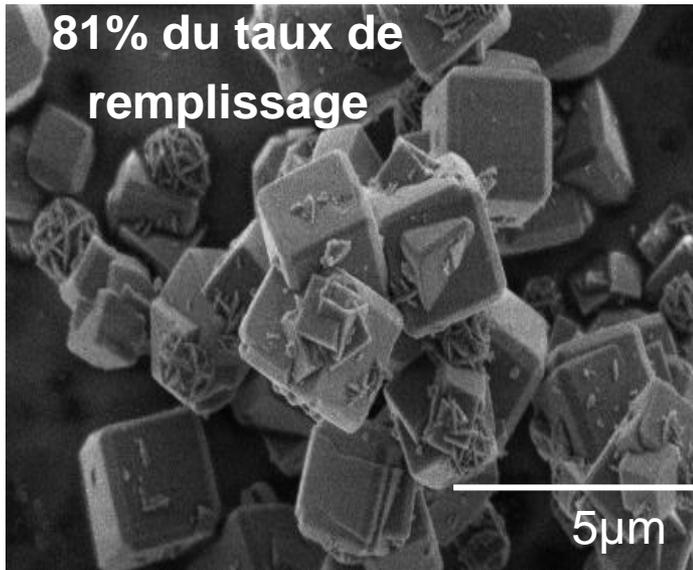
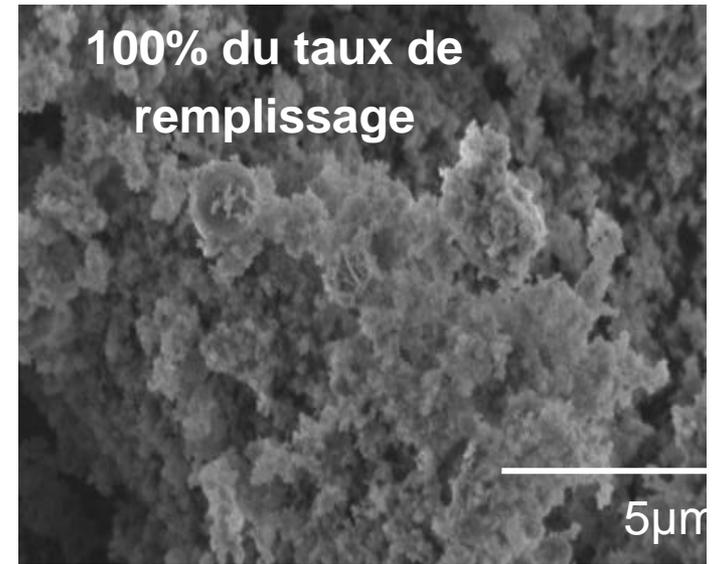
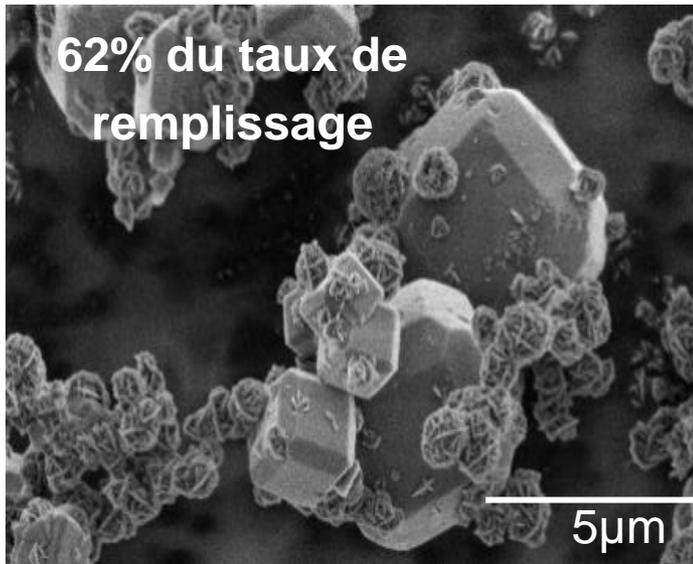
Variation du taux de remplissage

du réε



Diminution du taux de conversion du gel amorphe en LTA et de la LTA en sodalite avec l'augmentation du taux de remplissage/diminution de la puissance acoustique absorbée

Clichés MEB



William's Nzodom

David-William's.NZODOMDJOZING@cea.fr

Le SHT accélère la cinétique de conversion du gel amorphe en LTA ainsi que la conversion de la LTA en sodalite **d'un facteur supérieur à 96**

A température et durée de synthèse équivalente la sodalite n'est obtenue que pour les composés **synthétisés sous ultrasons**

La diminution de la puissance acoustique conduit à une **diminution de la puissance absorbée** et de la **conversion** du gel amorphe en LTA ainsi que celle de la LTA en sodalite



UNIVERSITÉ DE
MONTPELLIER



IC2MP
Institut de Chimie des Matériaux et Molécules du Pédagogie

Remerciement



Matthieu
Simon
Sergey
Tony
William's
Rita



Directeur: Nikitenko Sergueï

Encadrants:

- Chave Tony
- Valange Sabine

Pour le MEB
Lautru Joseph

Pour le MET
Le Goff Xavier

William's Nzodom

David-William's.NZODOMDJOZING@cea.fr

Le SHT

- Accélère la cinétique de conversion du gel amorphe en LTA
- Accélère la cinétique de conversion de la LTA en sodalite d'un facteur supérieur à 96 par rapport à la synthèse hydrothermale

A température et durée de synthèse équivalente la sodalite n'est obtenue que pour les composés synthétisés sous ultrasons

La diminution de la puissance acoustique conduit à une diminution de la puissance absorbée et de la conversion du gel amorphe en LTA et de la LTA en sodalite



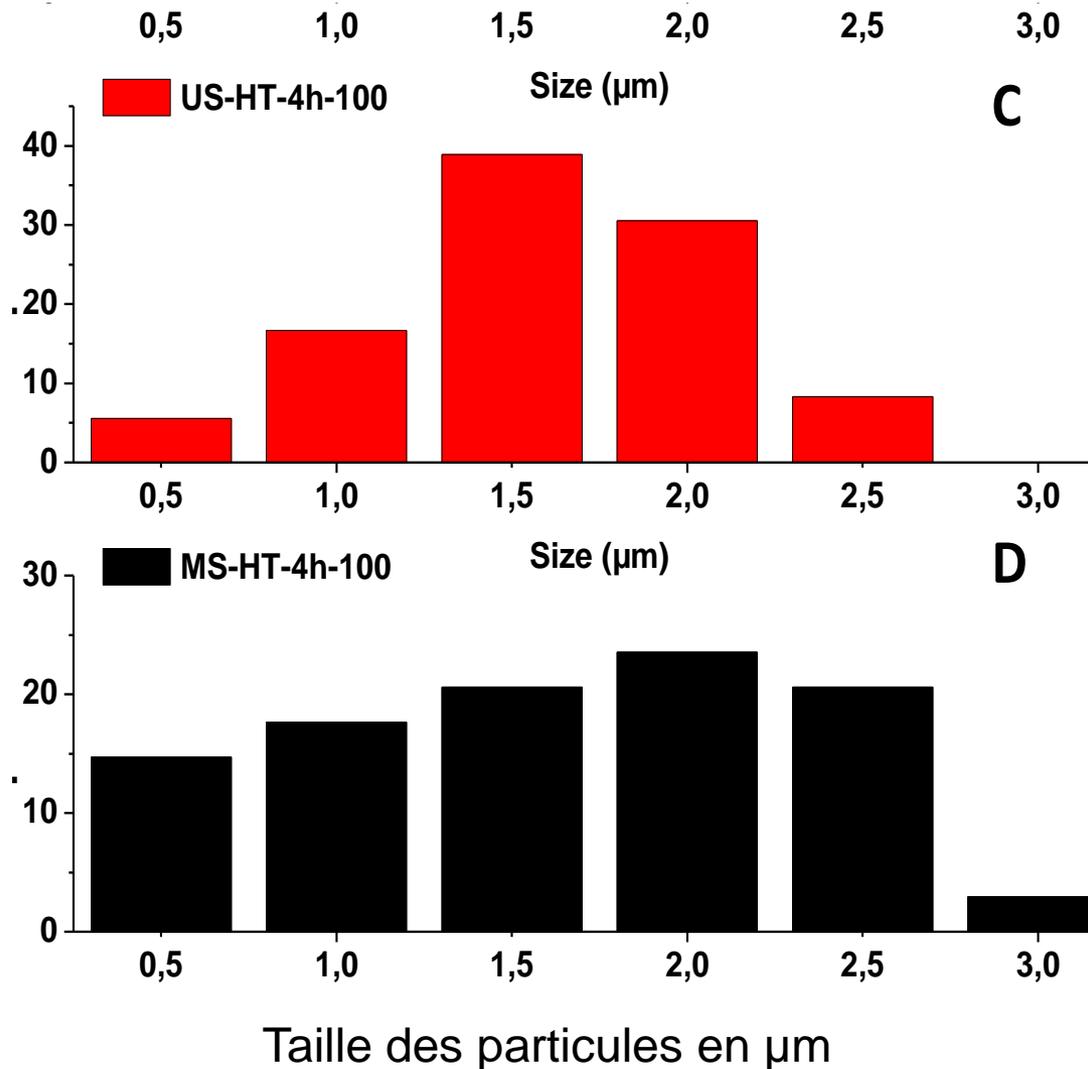
UNIVERSITÉ DE
MONTPELLIER



IC2MP
Institut de Chimie des Matériaux et Molécules du Pédagogie

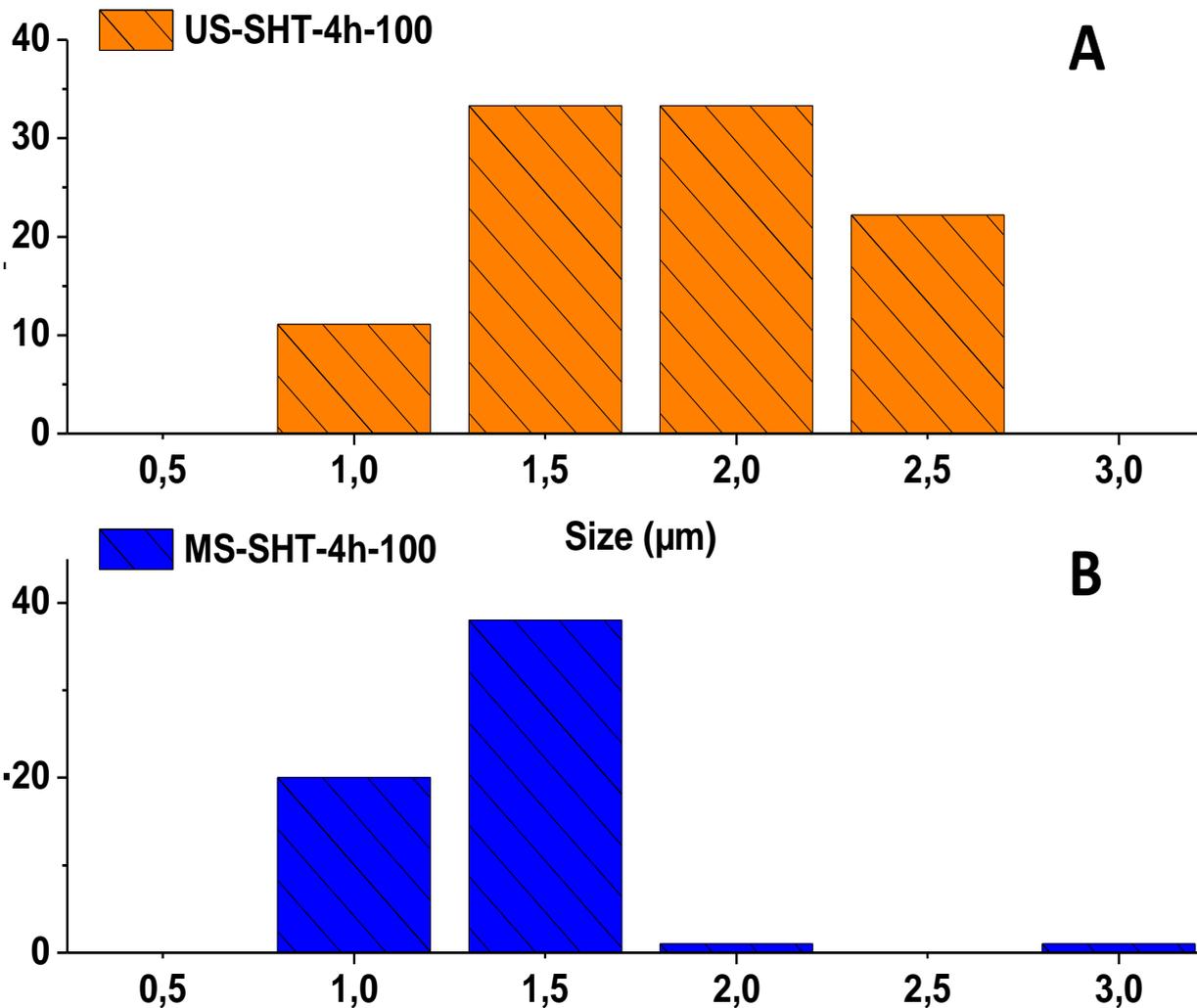
Effet des conditions de synthèse sur la taille des cristallite

Effet sur la taille des particules



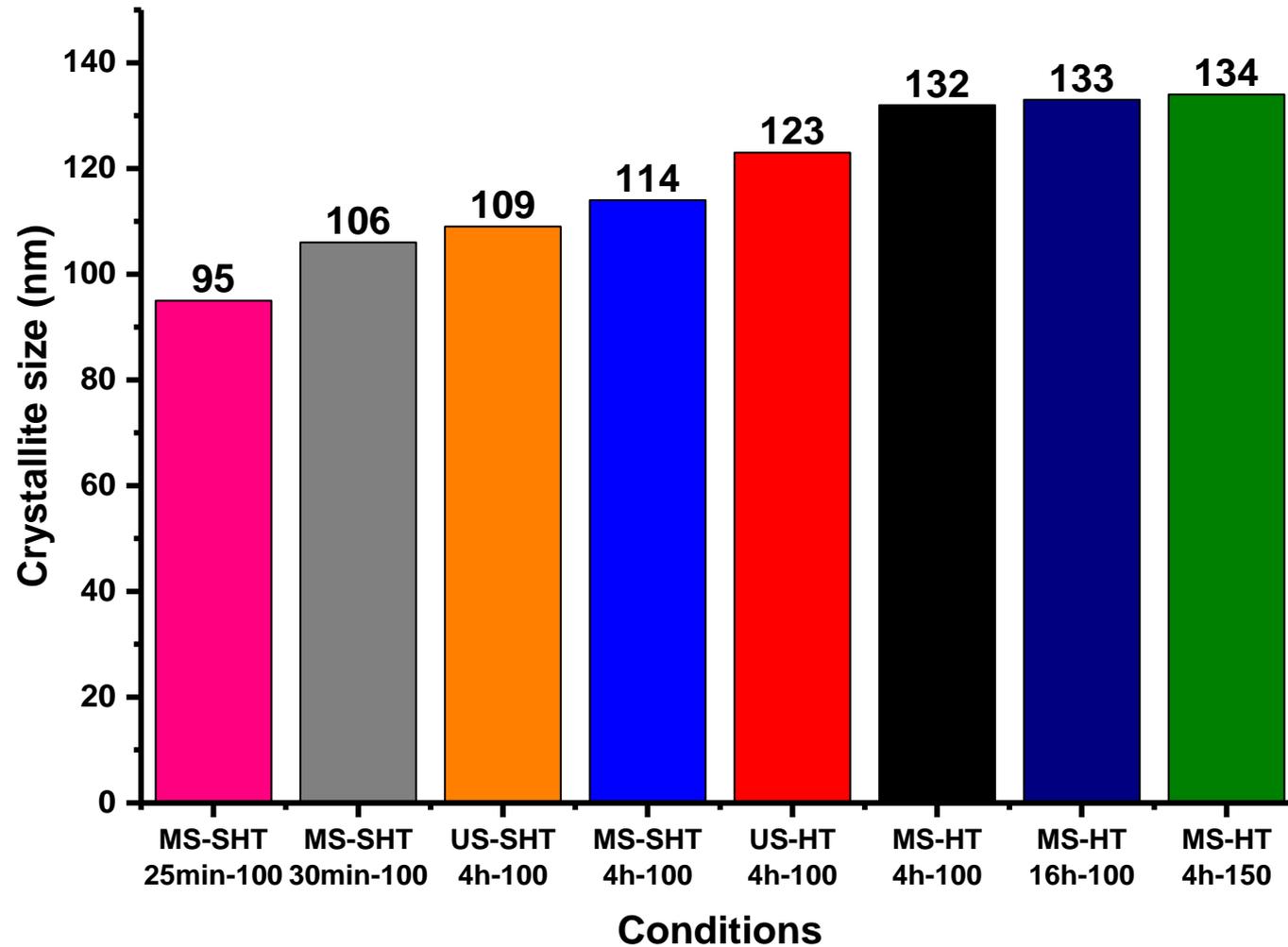
Distribution de taille de particules plus homogène et centrée pour l'échantillon US-HT-4h-100

Effet sur la taille des particules

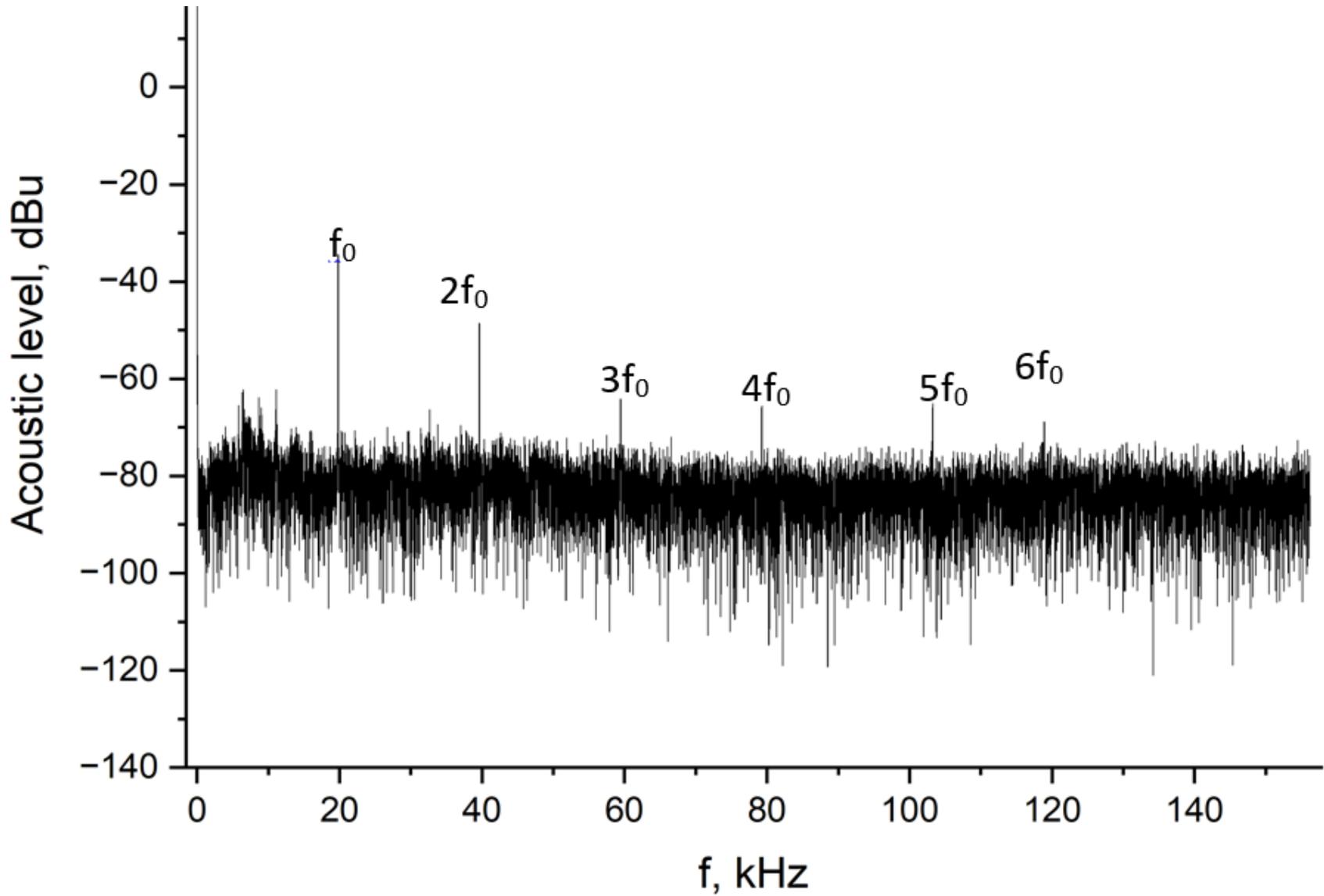


L'abondance de la sodalite rend difficile la détermination de la distribution des tailles

Evolution de la taille des cristallites



Spectre acoustique de l'eau



Spectre acoustique durant la synthèse



100 °C

