

Modificação de Calorímetro Isoperibol para Titulações Heterogêneas

Julio L. de Macedo* (PG), Fillipe A. Garcia (IC), Antônio T. C. P. de Souza (TC), Ednéia Caliman (PQ), Grace F. Ghesti (PG), José A. Dias (PQ) e Sílvia C. L. Dias* (PQ)

Laboratório de Catálise, Instituto de Química, Universidade de Brasília, caixa postal 4478, Brasília-DF, 70904-970, Brasil. Endereço eletrônico: julio@unb.br e scdias@unb.br.

Palavras Chave: Calorímetro, Catalisadores heterogêneos, Modificação.

Introdução

A caracterização da acidez de materiais sólidos é um importante campo na área de catálise. Diversas técnicas têm sido utilizadas para obter o melhor conhecimento de um sítio ativo. Dentre eles, o método Cal-Ad (Calorimetria-Adsorção) permite a diferenciação e a quantificação de sítios ácidos.¹ Este trabalho reporta a modificação de um calorímetro isoperibol comercial para aplicação na caracterização de catalisadores heterogêneos.

Resultados e Discussão

Os catalisadores testados foram a zeólita beta protônica (HBEA-Zeolyst) e o ácido fosfotungstico (HPW-Aldrich). As titulações foram realizadas em um calorímetro Isoperipol (Modelo 4300-CSC) antes e após modificação. Esta envolveu a construção e posicionamento de um agitador magnético submerso no calorímetro (Fig. 1).

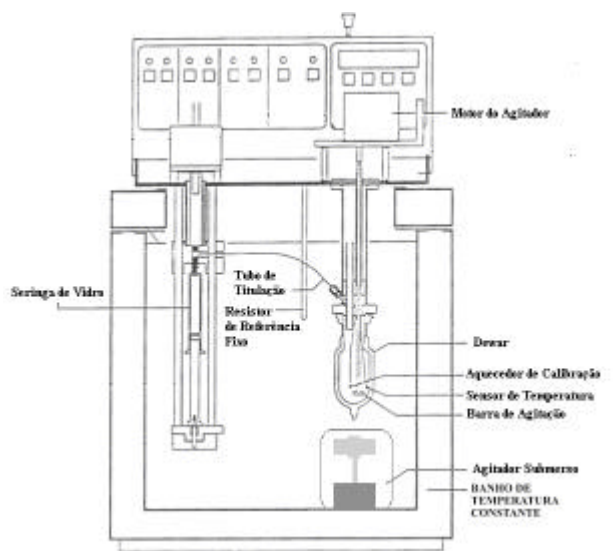


Figura 1. Esquema do calorímetro modificado.

A Tabela 1 mostra os resultados obtidos após adição de 0,05 mL de solução de Py 0,1 mol L⁻¹ em ciclohexano a uma suspensão de 0,50 g de HPW em 50 mL de ciclohexano. Antes da modificação o sinal apresenta bastante ruído e baixo calor de interação. Após a modificação, há uma intensa redução do ruído e obteve-se um calor de interação correspondente ao relatado na literatura.² Além disso, a titulação após

modificação rendeu diversos pontos, enquanto que antes só foi possível medir o calor da 1ª adição, evidenciando que a agitação do sólido é um fator crítico nessas medições.

Tabela 1. Parâmetros obtidos do calorímetro antes e após a modificação do calorímetro.

Amostra	Parâmetros	Antes	Depois
HPW	-?H (kcal mol ⁻¹)	11,0	31,0
HBEA	-?H _{total} (kcal mol ⁻¹)	3,0	14,5

Ao utilizar um catalisador menos denso (zeólita HBEA) as corridas calorimétricas antes e após modificação apresentaram grandes diferenças (Fig. 2). Apesar de ter sido possível medir todos os pontos, os valores obtidos foram bastante inferiores aos obtidos no calorímetro modificado.

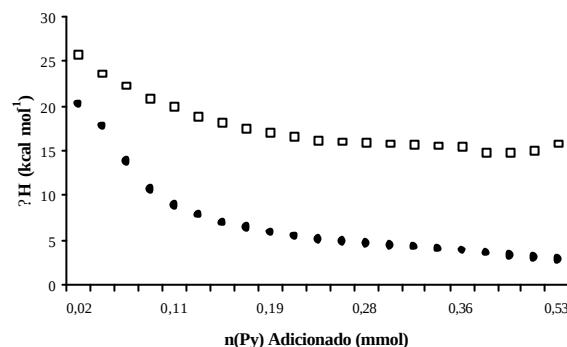


Figura 2. Titulação calorimétrica da zeólita HBEA antes (?) e após (?) modificação do calorímetro.

Conclusões

Neste trabalho, a modificação de um calorímetro isoperibol comercial forneceu uma grande redução no ruído e grande melhoria no sistema de agitação, evidenciado pelo maior valor de entalpia e número de pontos experimentais na titulação calorimétrica.

Agradecimentos

UnB-IQ (FUNPE), CNPq, FAPDF/SCDT/CNPq, FINEP/CT-Petro, FINATEC.

¹ Dias, S.C.L.; Macedo, J.L. e Dias, J.A. *Phys. Chem. Chem. Phys.* **2003**, 5, 5574.

² Dias, J.A.; Osegovic, J.P. e Drago, R.S. *J. Catal.* **1999**, 183, 83.