

Síntese, Caracterização e Comparação de Si-MCM-41 e Al-MCM-41 na Reação de Esterificação do Ácido Oléico com Etanol

Patricia R. S. e Sobral* (PG), Rebeca A. Silva (IC), Andréia A. Costa (PG), Júnia C. M. Silva (IC), Fillipe A. C. Garcia (IC), Júlio L. de Macedo (PQ), Sílvia C. L. Dias* (PQ), José A. Dias (PQ).

Laboratório de Catálise, Instituto de Química, Universidade de Brasília, caixa postal 4478, Brasília-DF, 70904-970, E-mail scdias@unb.br e sobral.patricia@gmail.com.

Palavras Chave: peneiras moleculares, esterificação, ácido oléico, etanol.

Introdução

A MCM-41 é uma peneira molecular que tem atraído atenção dos pesquisadores. Esta possui poros ordenados uniformes, arranjo hexagonal, área superficial elevada, altas estabilidade térmica e capacidade de adsorção.¹ Modificações em sua estrutura cristalina permitem que esse material se torne um promissor suporte para a catálise. A incorporação de Al na estrutura da MCM-41 visa aumentar as características ácidas do material.¹ Assim, o objetivo desse trabalho foi comparar o desempenho catalítico da Si-MCM-41 com a Al-MCM-41 na reação de esterificação do ácido oléico.

Resultados e Discussão

Si-MCM-41 foi sintetizada através do método da coprecipitação a temperatura ambiente com alterações.² A fonte de alumínio para a obtenção da Al-MCM-41 foi $[(CH_3)_2CHO]_3Al$, com razão Si/Al igual a 6. Os materiais foram calcinados em etapas (300°C/3h e 550°C/3h). A reação de esterificação foi feita com razão 1:6 (ácido oléico:etanol) e 100°C/4h com catalisador seco. O produto da reação foi filtrado, lavado com NaCl e a fase orgânica seca com $MgSO_4$. Os materiais foram caracterizados por DRX, FTIR, MAS-RMN de ^{27}Al e o produto de síntese foi analisado por FT-Raman.³

Os difratogramas de raios-X dos materiais estão mostrados na figura 1. Esta evidencia a manutenção da estrutura hexagonal dos poros com pequena perda no ordenamento de longo alcance, o qual sugere a substituição isomórfica na Si-MCM-41.^{2,4}

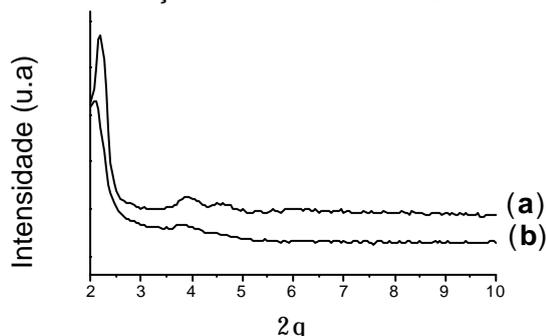


Figura 1. DRX das amostras calcinadas (a) Si-MCM-41 e (b) Al-MCM-41.

Os espectros de FTIR mostraram uma diminuição na intensidade das bandas em torno de 800 e 544cm^{-1} , os quais designam vibrações características da rede cristalina.¹

A análise por MAS-RMN de ^{27}Al evidencia que 39% do Al estão coordenados tetraedricamente e que 61% apresentam-se fora da rede. Esses valores indicam o surgimento de sítios ácidos de Brønsted e Lewis, respectivamente, na estrutura da Si-MCM-41.¹

Os resultados da reação de esterificação (tabela 1) confirmaram o melhor desempenho catalítico com a Al-MCM-41, devido provavelmente ao aumento dos sítios ácidos.

Tabela 1. Valores das conversões obtidas na reação de esterificação e analisada por FT-Raman.³

Catalisadores	Esterificação (%)
MCM-41	1,64
Al-MCM-41	70,13

Conclusões

A inserção de Al na estrutura da Si-MCM-41 (razão Si/Al = 6) não ocasionou colapso no arranjo hexagonal do material, conforme confirmado por DRX e FTIR. A inserção do metal permitiu um aumento na acidez do sólido, o qual promoveu resultados significativos para a reação de esterificação do ácido oléico com etanol, mostrando que modificações estruturais foram capazes de maximizar as características ácidas no sólido.

Agradecimentos

CNPq, Capes, FINATEC, FINEP/CTPetro, IQ-UnB (FUNPE) e à Profª Edi Mendes Guimarães (IG/UnB) pelas análises de DRX.

1. Corma, A.; *Chem. Rev.* **1997**, *97*, 2373.
2. Souza, M.P.; Dissertação de Mestrado, Universidade de Brasília, Brasil, **2005**.
3. Ghesti, G.F.; Macedo, J.L.; Parente, V.C.I.; Dias, J.A.; Dias, S.C.L.; *Mico. Meso. Mater.* **2007**, *100*, 27.
4. Jermy, B.R.; Pandurangan, A.; *Appl. Catal A* **2005**, *295*, 185.