

Caracterização de argilas usadas em reações de esterificação.

Mírian da Silva Costa Pereira¹ (PG), Gabriel Fateicha N. Santos¹ (IC), Michelle Jakeline Cunha Rezende² (PG), Ângelo da C. Pinto² (PQ), Paulo Anselmo Z. Suarez¹ (PQ)*

* psuarez@unb.br

¹ Instituto de Química (IQ), Universidade de Brasília (UnB), Brasília, DF 70919-970 (Brasil).

² Instituto de Química (IQ), Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), Rio de Janeiro, RJ 21941-909 (Brasil).

Palavras-Chave: argilas, esterificação.

Introdução

As argilas, de modo geral, possuem fraco caráter adsorvente e catalítico e, para melhorar estas características, geralmente ativa-se as mesmas através de processos ácidos (ativação ácida). Argilas do tipo esmectitas (ou bentonitas) são amplamente empregadas na catálise heterogênea. As argilas são compostos de característica argilomineral e foram usadas neste trabalho durante reações de esterificação para a produção de um biocombustível. O objetivo do trabalho é caracterizar quatro argilas, sendo duas naturais e duas tratadas com ácido, para atestar o tipo de argilomineral existente.

Resultados e Discussão

As áreas BET para as argilas naturais e ativadas estão entre 70 e 238 m² g⁻¹. Observa-se que as argilas naturais apresentam menor área superficial que as argilas ativadas através de processos ácidos. Os raios dos poros variaram entre 2,032 e 2,290 nm, enquadrando-se na categoria de materiais mesoporosos. As análises de TPD-NH₃ (Tab. 1) demonstram alta porcentagem de acidez na região acima de 400 °C, correspondendo à presença de fortes sítios ácidos. Os resultados obtidos das análises de DRX apresentam picos característicos do tipo esmectítico e encontram-se na faixa apresentada pelos argilominerais desse grupo.¹ Observou-se também a presença de dolomita, de um sulfeto de ferro e de cristobalito em algumas amostras. As curvas de termogravimetria (TG) demonstram que, dentre as amostras analisadas, a argila BB1A ativada é a mais estável termicamente,

Tabela 1. Faixas de temperatura, intensidade dos picos e % acidez (TPD-NH₃).

Catalisadores	Faixas de temperatura (°C)	Intensidade do pico (mV)	% Acidez
BB1A natural	200 – 300 e 300 – 800	8 e 11	78
BB1A ativada	200 – 300 e 300 – 800	6 e 11	86
VL natural	200 – 300 e 300 – 800	6 e 13	82
VL ativada	200 – 350 e 350 – 800	15 e 8	78

Tabela 2. Perdas de massa a partir das curvas TG.

Propriedade	Unidade	Catalisadores				
		BB1A natural	BB1A ativada	VL natural	VL ativada	
Perda de massa	25 – 100 °C	%	4,5	1,0	5,0	4,5
	100 - 600 °C		3,5	-	7,5	3,5
	600 - 1000 °C		1,5	-	1,0	1,0

perdendo apenas aproximadamente 1% de massa com o aumento da temperatura. Todas as argilas apresentam perdas de massa totais em torno de 1 a 13,5% (Tab. 2) no intervalo de 25 a 1000 °C. O primeiro estágio de decomposição está relacionado à perda de água livre. O segundo estágio pode ser atribuído à decomposição de ligações hidrogênio de moléculas de água e à perda de alguns grupos hidroxilas dos argilominerais. Pequenas perdas acima de 600 °C é observada para quase todas as argilas, apresentando fracos picos endotérmicos nesta região. Tais perdas provavelmente correspondem à desidratação estrutural. Todos os espectros de IV possuem em comum a presença de bandas em cerca de 3633 cm⁻¹ (vibrações das hidroxilas livres), 3459 cm⁻¹ (vibrações das ligações de hidrogênio nas hidroxilas) e 1632 cm⁻¹ (vibrações das hidroxilas ligadas).^{2,3}

Conclusões

Conclui-se que a ativação ácida das argilas aumenta a área superficial e não afeta a cristalinidade dos materiais. Além disso, a estabilidade térmica e o percentual ácido das argilas são praticamente mantidos após esta ativação.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq e ao CTENERG.

¹ Gomes, C.F. *Argilas: o que são e para que servem*. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1988.

² Farmer, V.C. *The Infrared Spectra of Minerals*. London: Mineralogical Society, 1974, Capítulo 15.

³ Akelah, A.; Kelly, P.; Qutubuddin, S.; Moet, A. *Clay Miner.* 1994, 29, 169.