

Uso de CCD no Monitoramento da Atividade de Catalisadores Heterogêneos de Estrôncio e Zircônio na Produção de Biodiesel

José Renato de O. Lima^{1,7} (PG), Rafael A. Bini¹ (PG), Yussra A. Ghani¹ (IC), Rodrigo Sequinel¹ (PG) Danilo L. Flumignan^{1,2} (PQ), Laudemir C. Varanda³ (PQ) e José E. de Oliveira¹ (PQ)

¹ Instituto de Química - UNESP - Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Departamento de Química Orgânica/Cempeqc. Araraquara, Brasil; ² Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia – IFSP, Matão, Brasil; ³ Instituto de Química - USP - Universidade de São Paulo, Departamento de Química. São Carlos, Brasil.
Mail: josereno@iq.unesp.br

Palavras Chave: *Catálise Heterogênea, CCD.*

Introdução

Catalisadores heterogêneos são bastante utilizados em processos industriais catalisadas por ácidos ou bases. Óxidos alcalinos e ácidos têm recebido especial atenção nas pesquisas de produção de biodiesel como catalisadores. Os óxidos de zircônio e de estrôncio são conhecidamente ativos na catálise dessas reações, muito embora seus óxidos simples e mistos necessitem de condições reacionais diferentes, sobretudo quanto à temperatura. A síntese destes óxidos por diferentes métodos e o teste de sua atividade na produção de biodiesel é um dos focos de vários trabalhos em desenvolvimento no meio acadêmico.^{1,2} Dada a demanda de experimentos exploratórios, faz-se necessária a aplicação de uma metodologia simples e eficiente para o monitoramento qualitativo do andamento da conversão das reações de transesterificação catalisadas por compostos heterogêneos. A Cromatografia em Camada Delgada (CCD) apresenta as características adequadas para esta finalidade, visto sua facilidade no manuseio e interpretação, rapidez e baixo custo. Neste trabalho avaliamos a atividade de diversos catalisadores a base de estrôncio e zircônio monitorando a conversão por CCD.

Resultados e Discussão

Foram produzidos o óxido de estrôncio (SrO), zirconato de estrôncio (SrZrO₃) e um misto SrO/SrZrO₃ a partir de soluções dos sais dos metais utilizando ácido cítrico como complexante e hidróxido de amônia para regular o pH. Foram sintetizadas três amostras por via ácida e três por via alcalina. Todos reagentes empregados foram de grau analítico. As transesterificações foram realizadas em balão de três bocas com refluxo a temperatura de 60 °C durante 4 horas.

As cromatografias foram realizadas utilizando hexano como solvente e um sistema hexano/acetato de etila como eluente. Foram aplicadas placas comerciais e placas artesanais com fase estacionária de sílica em placas de 20x5 cm. Utilizou-se Óleo Vegetal (O) e Biodiesel de Soja (B) como referência de conversão.



Figura 1. CCD utilizando placas artesanais (1,2 e 3) e comerciais (4, 5 e 6).

Verificou-se, através do fator de retenção (Rf), que dos óxidos obtidos por rota básica 1 (SrZrO₃) não foi ativo; 2 (SrO/SrZrO₃) apresentou conversão parcial e apenas 3 (SrO) apresentou atividade. Todos os óxidos produzidos em meio ácido (4–SrO, 5–SrZrO₃ e 6–SrO/SrZrO₃) foram ativos na conversão de óleo em biodiesel. As placas diferenciaram-se entre si qualitativamente apenas, pois a irregularidade da camada de sílica resultou em manchas mais irregulares na placa artesanal. Isso não comprometeu a avaliação reacional. O sistema eluente mostrou-se eficiente na proporção 95/5 hexano/acetato. Um tempo total de 30 minutos de eluição foi suficiente para uma boa resolução das manchas.

Conclusões

A CCD mostrou-se um método qualitativo eficiente e simples para se avaliar a atividade dos catalisadores. Didaticamente, as placas comerciais são mais adequadas, todavia ambas serviram bem à finalidade deste trabalho reduzindo a necessidade de análises por cromatografia gasosa.

Agradecimentos

Ao CEMPEQC pelas facilidades oferecidas para o desenvolvimento do presente trabalho e à: FUNDUNESP, CNPq e CAPES pelas bolsas concedidas aos pesquisadores.

¹ Carvalho, L. M. G. Dissertação de mestrado. Departamento de química, Universidade Federal do Piauí, Brasil (2009).

² Curtis, M. D.; Shiu, K.; Butler, W. M. e Huffmann, J. C. *J. Am. Chem. Soc.* **1986**, *108*, 3335.