



## Análise de Difração de Raios-X em catalisadores do mineral Paligorsquita (Pal).

Cláudia Cândida Silva<sup>1</sup> (PQ)\*, Isnel Benítez Cortés<sup>2</sup> (PQ), Alicia Rodriguez Gregorich<sup>2</sup> (PQ), Fernando Araújo de Oliveira<sup>1</sup> (IC), Géssica Kelli Silva de Oliveira<sup>1</sup> (IC), Camila da Costa Moura<sup>1</sup> (IC), João Luiz Geraldo Nogueira<sup>1</sup> (IC).

\* ccsilva@uea.edu.br

<sup>1</sup>, Universidade do Estado do Amazonas – UEA<sup>1</sup>, <sup>2</sup>Universidade de Camaguev.  
Palavras Chave: Paligorsquita, Catálise, DRX.

### Introdução

A paligorsquita é um silicato complexo de magnésio, formado por cristais alongados, que possui fórmula teórica de  $Mg_5Si_8O_{20}(OH)_2(OH_2)_4 \cdot 4H_2O$ . Sua estrutura cristalográfica de tetraedros de  $SiO_4$  que se unem em duas dimensões por uma folha octaédrica central não-contínua de Mg, Al-(O, OH) e o arranjo de sua capa octaédrica, que possui 80% das posições ocupadas por cátions Mg, Al e Fe. Isso favorece inúmeras propriedades de interesse para a sua utilização como catalisador, tais quais a baixa dimensionalidade e acidez tipo Brønsted. Estas características tornam este argilomineral um catalisador de reações orgânicas historicamente conhecido (Parra-Silva Et AL, 2014).

O estudo dos mecanismos de ação de catalisadores, da cinética das reações catalíticas e do projeto de reatores catalíticos é um dos instrumentos necessários para desenvolver e aprimorar-se processos químicos industriais (MEDEIROS,2002).

Tendo isso em mente, o grupo de pesquisa 'Novas Tecnologias na Indústria Química' do Departamento de Engenharia Química da Universidade de Camaguev - Cuba, sob orientação da Prof.<sup>a</sup> Alicia Rodriguez Gregorich realizou estudos com catalisador a base do mineral paligorsquita puro e acrescido dos elementos cálcio e alumínio com composições e temperaturas diferentes. Para a análise dos catalisadores, foi empregado o método de difração de raios-X (DRX), que consiste em uma técnica laboratorial que revela informações estruturais, como composição química, estrutura do cristal e espessura da camada. Após a realização da análise, o software CELREF foi utilizado para a melhor interpretação dos resultados, possibilitando a observação de variações nos parâmetros de células unitárias.

### Material e Métodos

No presente trabalho, realizou-se estudos com 21 amostras cujas características estão na tabela 1. A

amostra denominada C\_0 é tida como amostra padrão. As amostras foram impregnadas com Al ou Ca, em diferentes concentrações e foram calcinadas em diferentes temperaturas, conforme indicado na tabela.

Tabela 1: Amostras utilizadas no trabalho.

Catalisador Calcinado	Tipo de fase amostra	Concentração(%)	Temperatura(°C)
C_0	Puro	0	0
C_1	Puro	0	500
C_2	Puro	0	700
C_3	Puro	0	900
C_4	Ca	5	500
C_5	Ca	5	700
C_6	Ca	5	900
C_7	Al	5	500
C_8	Al	5	700
C_9	Al	5	900
C_10	Ca	10	500
C_11	Ca	10	700
C_12	Ca	10	900
C_13	Al	10	500
C_14	Al	10	700
C_15	Al	10	900
Sem calcinação			
C_16	Al	5	500
C_17	Ca	5	900
C_18	Al	5	900
C_19	Ca	10	500
C_20	Al	10	500

Fonte: Autoral, 2022.

As amostras foram moídas em almofariz de ágata e prensadas em seus porta-amostras com o auxílio de uma lâmina de vidro. Posteriormente, elas foram submetidas à análise no equipamento de Difração de Raios-X, modelo XRD 6000 da Shimadzu, existente no Laboratório de Raios-X do Departamento de Geociências da Universidade Federal do Amazonas - UFAM. Os ensaios foram conduzidos utilizando radiações de Cu- $\alpha$  ( $\lambda=1,54 \text{ \AA}$ ) e filtro de níquel com uma voltagem e corrente do tubo de 30kV e 30 mA, respectivamente. Com auxílio do computador, foram coletados valores de intensidade em função do ângulo  $2\theta$  percorrido de  $0^\circ$ - $60^\circ$  como uma velocidade de varredura de  $2^\circ \cdot \text{min}^{-1}$ .

Os difratogramas obtidos foram estudados seguindo-se a identificação das raias mais intensas, que foram usadas para a indexação preliminar. Este processo se deu utilizando o software CELREF, onde os parâmetros de cela foram refinados de forma a se obter pos valores numéricos necessários à construção dos gráficos que serão apresentados.



# V Workshop de Química Inorgânica

Panorama da Pesquisa em Química Inorgânica no Brasil  
09 a 11 de novembro 2022



## Resultados e Discussão

Fez-se a indexação das mesmas utilizando o software CELREF instalado nos computadores do laboratório e obteve-se os valores numéricos apresentados na tabela 2.

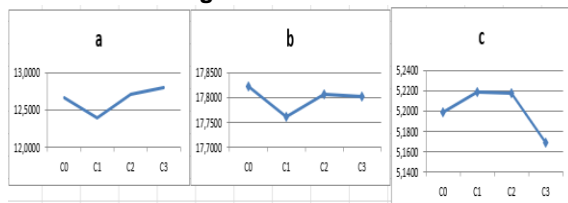
**Tabela 2:** Valores dos parâmetros das celas unitárias

AMOSTRAS	a	b	c
C0	12.6700	178.230	5.1990
C1	12.3969	177.602	5.2183
C2	12.7089	178.086	5.2170
C3	12.7957	178.026	5.1689
C4	12.7220	177.918	5.2055
C5	12.7269	178.324	5.2243
C6	12.6290	177.991	5.1954
C7	12.7331	178.656	5.1967
C8	12.7073	178.111	5.2035
C9	12.6912	179.353	5.1732
C10	12.8112	178.788	5.1731
C11	12.6872	178.365	5.1847
C12	12.9177	178.099	5.1697
C13	12.7155	178.198	5.2193
C14	12.6568	178.259	5.2040
C15	12.7053	178.214	5.1925
C16	12.6940	178.287	5.2098
C17	12.7872	177.387	5.1918
C18	12.6669	178.137	5.1688
C19	12.6917	178.681	5.1965
Padrão Web/Mierral	12.33	17.89	5.24

Fonte: Autoral, 2022.

As amostras C\_1, C\_2 e C\_3 possuem 0% de concentração de outros elementos, ms temperaturas distintas de calcinação. Quando comparadas a C\_0 nota-se que as amostras tiveram um encurtamento do eixo B e alongamento nos demais eixos, com exceção de C\_1 (encurtamento no eixo A) e C\_3 (encurtamento do eixo C), como verificado na Figura 1.

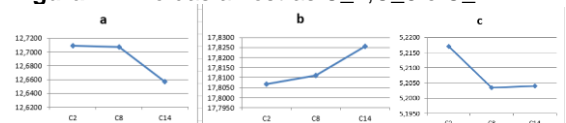
**Figura 1:** Eixos das amostras.



Fonte: Autoral, 2022.

Exemplificando a alteração causada pela diferença na concentração de fase ativa, e observando estas alterações na mesma temperatura de calcinação, temos a comparação da amostra C\_2 pura em relação aos catalisadores C\_8 e C\_14 de fase ativa Al com concentrações equivalentes a 5% e 10%, respectivamente. Observa-se um encurtamento simultâneo e significativo nos parâmetros c e a.

**Figura 2-** Eixo das amostras C\_2, C\_8 e C\_14.

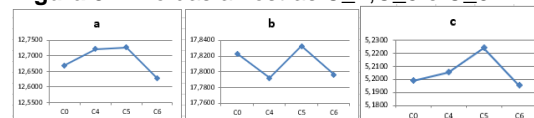


Fonte: Autoral, 2022.

Ao realizar-se a análise dos catalisadores calcinados C\_4, C\_5 e C\_6 de fase ativa Ca e respectivamente temperaturas de síntese 500°C, 700°C e 900°C em comparação ao catalisador C\_0

padrão, é notável que enquanto C\_4 e C\_5 apresentam aumento em a e c, C\_6 apresentou encurtamento em todos os parâmetros a, b e c observados.

**Figura 3-** Eixo das amostras C\_4, C\_5 e C\_6.



Fonte: Autoral, 2022.

## Conclusões

A partir do método de Difração de Raios-X, foi possível compreender a organização da cela unitária das amostras de paligorsquita e observar a variação destes. Através dos resultados refinados, foi possível a observação de padrões de comportamento entre as amostras. Observa-se uma tendência ao encurtamento do parâmetro a em relação ao catalisador padrão C\_0 em catalisadores à 900°C, assim como é notável a tendência ao aumento do parâmetro b em catalisadores sintetizados à 500°C.

## Agradecimentos

Os Autores agradecem à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Amazonas (FAPEAM) pela bolsa de iniciação científica e pela Universidade do Estado do Amazonas pelo suporte.

<sup>1</sup>ATKINS, P. W. ; Shriver, D.F. Química Inorgânica, Quarta Edição. Porto Alegre- RS: Editora S.A., 1999 .

<sup>2</sup>BOLDT, Thiago; Silva, Adriano; Leal, Cleverson. Uma análise físico-química dos catalisadores automotivos: estudo introdutório das propriedades e eficiência catalítica. Revista Técnico Científica do IFSC, 2013. Disponível em: <<https://periodicos.ifsc.edu.br/index.php/rtc/article/view/1345>>. Acesso em: 20 de fev. de 2022.

<sup>3</sup>Fundamentos da Catálise ,Remolo Ciola ,Editora da Universidade de São Paulo, 1981. Acesso em 20 de fev. de 2022.

<sup>4</sup>MEDEIROS, Josenilton. Desenvolvimento de rotas de preparação de catalisadores para fins da valorização do gás natural. Agência Nacional de Petróleo e Gás, 2002. Disponível em: <<http://www.eq.ufrn.br/posgraduacao/forms/projanp/josenilton.pdf>>. Acesso em: 20 de fev. de 2022.

<sup>5</sup>PARRA-SILVA Et. Al. Caracterização da paligorsquita para possível aplicação como suporte de catalisadores. Associação Brasileira de Cerâmica, 2014. Disponível em: <[https://abceram.org.br/wp-content/uploads/area\\_associado/58/PDF/01-024.pdf](https://abceram.org.br/wp-content/uploads/area_associado/58/PDF/01-024.pdf)>. Acesso em: 5 de fev. de 2022.

<sup>6</sup>THE EDITORS of Encyclopedia Britannica. Palygorskite, Mineral. Britannica, 2022. Disponível em: <<https://www.britannica.com/science/palygorskite>>. Acesso em: 5 de fev. de 2022.

<sup>7</sup>XAVIER Et Al. Caracterização mineralógica, morfológica e de superfície da atapulgita de Guadalupe-PI. Holos, 2012. Disponível em: <<https://doi.org/10.15628/holos.2012.1111>>. Acesso em: 5 de fev. de 2022.