



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA**

JAILSON SAMPAIO DE SOUSA

PILARIZAÇÃO DA ARGILA BENTONITA COM ÍON DE KEGGIN

**CAMPINA GRANDE – PB
2017**

JAILSON SAMPAIO DE SOUSA

PILARIZAÇÃO DA ARGILA BENTONITA COM ÍON DE KEGGIN

Trabalho de Conclusão de Curso (TCC)
apresentado como exigência para
obtenção do Título de Bacharel em
Química Industrial pela Universidade
Estadual da Paraíba – UEPB.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Maristela Alves da Silva

**CAMPINA GRANDE – PB
2017**

É expressamente proibido a comercialização deste documento, tanto na forma impressa como eletrônica. Sua reprodução total ou parcial é permitida exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, desde que na reprodução figure a identificação do autor, título, instituição e ano do trabalho.

S725p Sousa, Jailson Sampaio de.
Pilarização da argila bentonita com ion de Keggin
[manuscrito] : / Jailson Sampaio de Sousa. - 2017.
27 p.

Digitado.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Química Industrial) - Universidade Estadual da Paraíba, Centro de Ciências e Tecnologia, 2017.

"Orientação : Profa. Dra. Maristela Alves da Silva, Departamento de Química - CCT."

1. Argila. 2. Pilarização. 3. Bentonita. 4. Íon de Keggin.

21. ed. CDD 660

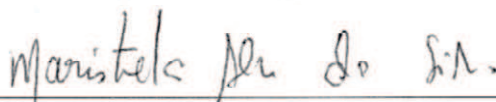
JAILSON SAMPAIO DE SOUSA

PILARIZAÇÃO DA ARGILA BENTONITA COM ÍON DE KEGGIN

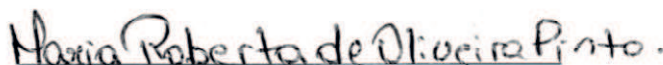
Trabalho de Conclusão de Curso (TCC)
apresentado como exigência para
obtenção do Título de Bacharel em
Química Industrial pela Universidade
Estadual da Paraíba – UEPB.

Aprovado em: 19/12/2017

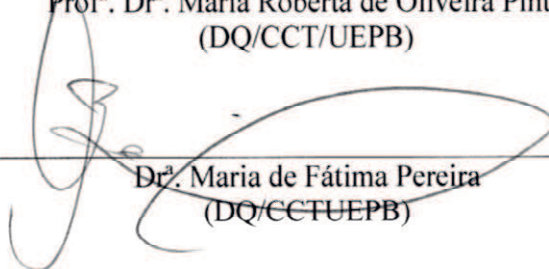
EXAMINADORES



Prof.^a. Dr.^a. Maristela Alves da Silva
(Orientadora-DQ/CCT/UEPB)



Prof.^a. Dr.^a. Maria Roberta de Oliveira Pinto
(DQ/CCT/UEPB)



Dr.^a. Maria de Fátima Pereira
(DQ/CCTUEPB)

CAMPINA GRANDE – PB
2017

Aos meus pais, pela dedicação, companheirismo
e amizade, DEDICO.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, por acreditar que pelo seu intermédio, foi possível a concretização deste trabalho. Em meio a lutas e conflitos, ele nunca me desamparou, pelo contrário, esteve sempre comigo e foi onde encontrei refúgio e abrigo.

Quero expressar minha gratidão a todos que, pela dedicação, amizade e incentivo, contribuíram de forma significativa para a realização desta etapa em minha vida.

Aos meus pais, Adeal e Marisete, por compartilharem com meus ideais, incentivando-me sempre a prosseguir na caminhada, embora existissem dificuldades, nunca me deixaram desistir.

À minha irmã, Josemária, por ter me ajudado durante todo esse percurso da forma que podia.

Aos meus amigos, companheiros de jornada, Artur, Carlos, Beatriz, Luiza, Pâmela, Rogiane, Shelton, Siony, Tayse e Victor, pela amizade, pela força, por fazerem parte de momentos importantes da minha vida.

Aos meus professores da graduação, especialmente à minha orientadora Maristela Alves, agradeço por todo exemplo e dedicação para com esse trabalho, não esquecerei seus ensinamentos, tão pouco, a pessoa admirável que és.

Enfim, agradeço a todos que de alguma forma contribuiu para minha formação acadêmica. O meu reconhecimento de que essa vitória não é apenas minha, mas pertence a vocês também.

Faça o teu melhor, na condição que você tem, enquanto você não tem condições melhores, para fazer melhor ainda!

“Mario Sergio Cortella”

RESUMO

Argilas pilarizadas, também conhecidas como PILC (Pillared Interlayer Clay), são materiais que possuem uma estrutura cristalina porosa permanente, com grande superfície específica, propriedades ácidas e, estáveis termicamente. A porosidade permanente é adquirida pela intercalação de polioxicações que, após tratamento térmico, formam uma galeria de “pilares” entre as camadas estruturais dos argilominerais. Neste trabalho, uma argila bentonita sódica foi pilarizada com o polihidroxidação de alumínio ($[Al_{13}O_4(OH)_{24}(H_2O)_{12}]^{+7}$), conhecido como íon de keggin. O material pilarizado pelo íon de keggin foi caracterizado por Difractometria de Raios-X. Os resultados obtidos após o processo de pilarização indicam que houve aumento na distância interplanar observado pelo deslocamento dos picos para ângulos de menores valores.

Palavras-chave: Pilarização, Bentonita e Íon de keggin.

ABSTRACT

Clays pillared, also known as PILC (Pillared Interlayer Clay), are materials that have a porous crystalline structure permanent, with large specific surface, acid properties and thermally stable. Permanent porosity is acquired by intercalation of polioxications that, after heat treatment, form a gallery of "pillars" between the structural layers of clay. In this work, a sodium bentonite clay was pillared with the aluminum polihidroxicación ($[Al_{13}O_4(OH)_{24}(H_2O)_{12}]^{+7}$), known as the keggin ion. The material by keggin ion was characterized by X-ray diffractometry. The results obtained after the process indicate that there was an increase in the distance interplanar observed by the displacement of the peaks to smaller angles values.

Key Word: Clays, Bentonite, Keggion Ion

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1: Diagrama esquemático de uma folha tetraédrica (A) e uma folha octaédrica (B).....	14
FIGURA 2: Estrutura cristalina da Esmectita	15
FIGURA 3: Diagrama esquemático da pilarização de uma esmectita com alumina.....	18
FIGURA 4: Estrutura do íon de Keggin. Os círculos maiores representam átomos de alumínio, os menores são átomos de oxigênio	19
FIGURA 5: Difração de raios-X e a equação de Bragg	20
FIGURA 6: Difratoograma da Bentonita Natural	23
FIGURA 7: Difratoograma da Bentonita calcinada com íon de kegginn.....	24

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	10
2 OBJETIVOS	12
2.1 OBJETIVO GERAL.....	12
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	12
3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	13
3.1 ARGILAS.....	13
3.1.1 <i>ESTRUTURA DAS ARGILAS</i>	13
3.1.2 <i>A CLASSE DAS ESMECTITAS</i>	14
3.1.3 <i>ARGILAS PILARIZADAS</i>	16
3.2 BENTONITA	16
3.3 PROCESSO DE PILARIZAÇÃO	17
3.4 ÍON DE KEGGIN	18
3.5 DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X.....	19
3.5.1 <i>BREVE HISTÓRICO</i>	19
3.5.2 <i>RAIOS-X</i>	19
3.5.3 <i>DIFRAÇÃO DE RAIOS-X</i>	20
4 METODOLOGIA	21
4.1 LOCAL DE ESTUDO.....	21
4.2 REAGENTES	21
4.3 PREPARAÇÃO DA SOLUÇÃO INTERCALANTE (ÍON DE KEGGIN)	21
4.4 OBTENÇÃO DA BENTONITA INTERCALADA	21
4.5 OBTENÇÃO DA BENTONITA PILARIZADA	22
4.6 CARACTERIZAÇÃO DA BENTONITA PILARIZADA	22
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES	23
5.1 DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X	23
6 CONCLUSÃO	25
7 REFERÊNCIAS	26

1 INTRODUÇÃO

Desde os primórdios que as argilas são utilizadas para a produção de objetos cerâmicos, como tijolos e telhas e, atualmente, em várias aplicações tecnológicas. As argilas são usadas como adsorventes em processos de clareamento na indústria têxtil e de alimentos, em processos de remediação de solos e em aterros sanitários. São empregadas para ajustar as propriedades reológicas de fluidos de perfuração de petróleo e de tintas, como carreadoras de moléculas orgânicas em cosméticos e fármacos e como suporte para catalisadores. O interesse em seu uso vem aumentando devido à procura por materiais que não cause danos ao meio ambiente quando descartados, à abundância das reservas mundiais e ao seu baixo preço. Dessa forma, a modificação química das argilas possibilita o desenvolvimento do seu uso para diversos tipos de aplicações tecnológicas, agregando valor a esse abundante recurso natural. (TEIXEIRA-NETO e TEIXEIRA-NETO, 2009).

Segundo CARRERA-MORALES (et al, 2009) a mudança na estrutura das argilas produzidas pela ativação ácida, intercalação e pilarização, proporciona um aumento em sua eficiência nos processos catalíticos e de adsorção.

O processo de pilarização de argilas é realizado por meio da troca iônica de cátions presentes na argila, como Ca^{+2} e Na^+ , por cátions maiores, como por ex. polihidroxicações de Al, Zr, Ti entre outros. O material obtido, depois da calcinação, contém óxidos que funcionam como pilares, mantendo as camadas afastadas e expondo as superfícies internas das argilas. As dimensões das cavidades podem ser significativamente maiores que as produzidas nas zeólitas e a acidez é suficiente para catalisar reações de craqueamento. A variação do tamanho do pilar assim como o espaçamento entre os pilares, faz com que esse material tenha um tamanho de poro adequado para uma determinada aplicação, que não se restringe apenas ao craqueamento catalítico (PERGHER e SPRUNG, 2005).

Hoje em dia sabe-se que para haver a formação de compostos por pilarização é necessário três requisitos fundamentais, a estrutura das galerias deve ser suficientemente resistente para permitir a expansão vertical das galerias, especialmente após a desidroxilação do precursor intercalado e, se possível, da camada 2:1; os pilares devem estar lateralmente afastados entre si para permitir acesso inter-pilares por moléculas grandes, a começar com N_2 , as camadas do hospedeiro devem ser suficientemente

rígidas para sustentar qualquer separação lateral desejada para os pilares (COELHO, SANTOS, e SANTOS, 2007).

Nessa perspectiva, a argila bentonita foi selecionada para o estudo de intercalação e pilarização com o íon de keggin, visando sua aplicabilidade como catalisador em reações de catálise heterogênea para obtenção de biocombustíveis.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Realizar modificação no argilomineral bentonita utilizando o processo de pilarização com o polihidroxidação de alumínio (íon de kegglin).

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Preparar a solução intercalante: ($\text{AlCl}_3 + \text{NaOH}$)
- Tratar quimicamente a argila (Intercalação)
- Realizar o tratamento térmico após o processo de intercalação (Calcinação)
- Realizar a caracterização da argila pilarizada (Difratometria de Raios-X)

3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1 Argilas

A palavra argila possibilita diversas definições e interpretações subjetivas, de modo a torna-la, de certa forma, indefinível e com diversos significados. As várias definições de argila é resultante da formação profissional, técnica ou científica dos que por ela se interessam (geólogos, pedólogos, agrónomos, químicos, mineralogistas, petrólogos, ceramistas, engenheiros civis, sedimentólogos, etc.), seja por sua origem, seja pelas suas propriedades, ou ainda, pelas suas aplicações (MEIRA, 2001).

A argila é um produto natural, terroso, que apresenta granulometria fina, e na maioria das vezes adquire, quando em contato com água, certa plasticidade. Quimicamente, as argilas são formadas por silicatos hidratados de alumínio, ferro e magnésio. Define-se ainda argila como sendo um grupo de partículas do solo que apresentam dimensões entre uma faixa de valores especificados (partículas com dimensões menores que 0,002 mm). Além dos argilominerais, as argilas também são constituídas por impurezas como quartzo, carbonatos e feldspatos (PATRICIO, HOTZA, e JÚNIOR, 2014).

Todavia, o conceito de maior aceitação, define argila como sendo uma rocha formada essencialmente por minerais argilosos, podendo apresentar outros minerais (não argilosos), além de matéria orgânica e outras impurezas, que, quando reduzida a pó e misturada com água em quantidade adequada, torna-se plástica. Após secagem, torna-se consistente e rígida, e, após calcinação a temperatura superior a 1000°C, adquire grande dureza (ALVES, 2015).

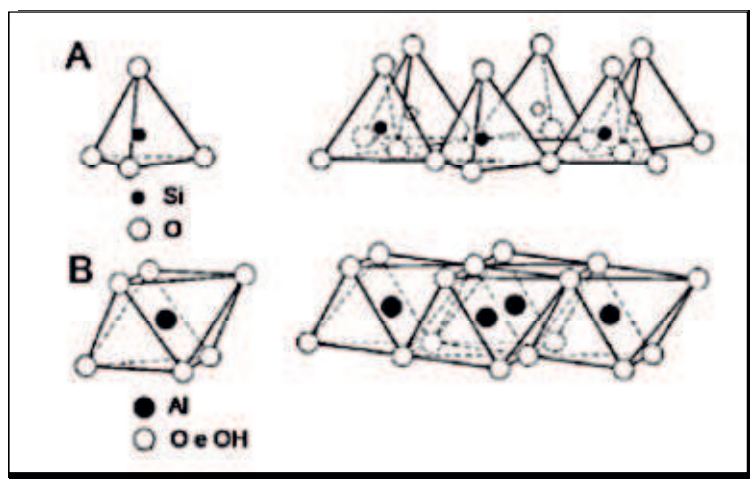
3.1.1 ESTRUTURA DAS ARGILAS

De forma geral, as argilas apresentam uma nanoestrutura constituída por lamelas bidimensionais empilhadas, semelhante a um empilhamento de cartas. As lamelas têm pouco menos que 1 nm de espessura e poucas centenas de nanômetros de diâmetro médio. A formação das lamelas ocorre pelo arranjo de dois tipos de folhas cristalinas,

com estrutura octaédrica ou tetraédrica. Dessa forma, os grupos das argilas são classificados de acordo com a maneira com que as folhas tetraédricas e octaédricas se arranjam, formando as lamelas: 1:1 – na qual apenas uma folha tetraédrica está ligada a uma folha octaédrica; e 2:1 – na qual uma folha octaédrica está no meio de duas folhas tetraédricas. Dentre as estruturas 1:1, a argila mais comum e abundante é a caulinita, já entre as argilas 2:1, temos a montmorilonita (TEIXEIRA-NETO E TEIXEIRA-NETO, 2009).

Ainda segundo TEIXEIRA-NETO (2009), as folhas tetraédricas são formadas por tetraedros de Si–O com cantos compartilhados, como mostrado no digrama esquemático da Figura 1A. Cada tetraedro compartilha três de seus cantos com três tetraedros vizinhos, resultando em uma fórmula estrutural de $(\text{Si}_2\text{O}_5)_n$ para a folha. Do mesmo modo, as folhas octaédricas são compostas por cátions Al^{3+} ligados a ânions O^{2-} e OH^- , resultando em uma fórmula química efetiva de $\text{AlO}(\text{OH})_2$. A estrutura dessa camada é mostrada na Figura 1B.

Figura 1: Diagrama esquemático de uma folha tetraédrica (A) e de uma folha octaédrica (B)



Fonte: (TEIXEIRA-NETO E TEIXEIRA-NETO, 2009)

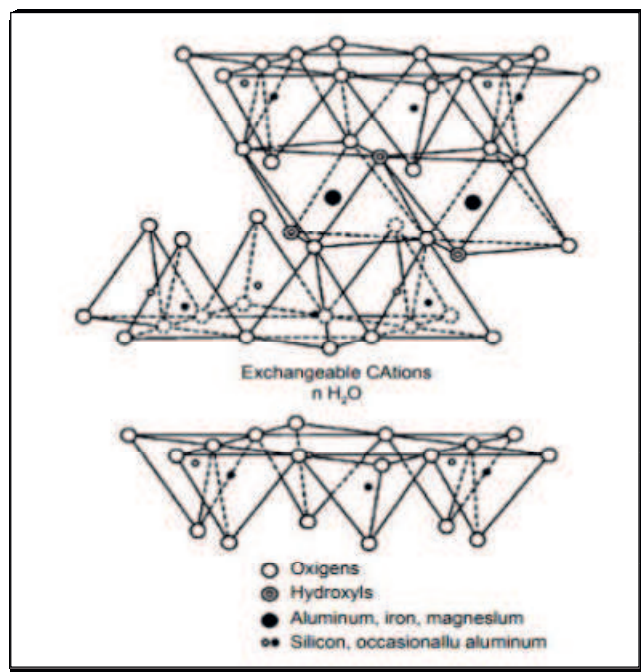
3.1.2 A CLASSE DAS ESMECTITAS

Esmectitas são filossilicatos ou silicatos em camadas constituídas por duas folhas de tetraedros, e no meio das duas folhas, uma folha central de octaedros, unidas

entre si por oxigênios comuns às mesmas, apresentando deste modo uma estrutura cristalina classificada como do tipo 2:1. É um dos mais importantes grupos de argilas encontrados em solos e sedimentos, e certamente um dos mais difíceis para se estudar. Suas características específicas, como elevada área específica, capacidade de troca de cátions e propriedades de hidratação, conferem a este grupo de argilominerais diversos interesses industriais e uma grande variedade de aplicações, destacando-se a sua utilização em nanocompósitos, na indústria cerâmica, em formulação de cosméticos, no tratamento de rejeitos, na descontaminação de solos, entre outras (HILDEBRANDO et al, 2014).

Montmorilonita, beidelita, nontronita, são exemplos de argilominerais do grupo das esmectitas, que por sua vez, são constituídas por duas folhas tetraédricas de sílica, com uma folha central octaédrica de alumínio, unidas entre si por oxigênios comuns às folhas (estrutura do tipo 2:1) conforme Figura 2, (PATRICIO, HOTZA, e JÚNIOR, 2014).

Figura 2: Estrutura cristalina da Esmectita



Fonte: (PATRICIO, HOTZA, e JÚNIOR, 2014).

3.1.3 ARGILAS PILARIZADAS

Argilas pilarizadas, também conhecidas como PILC (Pillared Interlayer Clay), são materiais com uma estrutura cristalina porosa permanente, com grande superfície específica, propriedades ácidas e, estáveis termicamente. A porosidade permanente é obtida pela intercalação de polioxições que, quando submetido a um tratamento térmico, formam uma galeria de “pilares” entre as camadas estruturais dos argilominerais (CARRERA-MORALES et al, 2009).

3.2 Bentonita

O termo bentonita foi derivado da localização do primeiro depósito comercial de uma argila plástica, em Fort Benton, Wyoming, nos Estados Unidos. Essa argila apresenta a propriedade de aumentar várias vezes o seu volume inicial na presença de umidade (PATRICIO, HOTZA, e JÚNIOR, 2014).

Bentonita pode ser definida como uma rocha constituída essencialmente por um argilomineral montmorilonítico, pertencente ao grupo das esmectitas, formado pela desvitrificação e subsequente alteração química de um material vítreo, de origem ígnea, usualmente um tufo ou cinza vulcânica em ambientes alcalinos de circulação restrita de água. (SILVA e FERREIRA, 2008).

Ainda segundo SILVA e FERREIRA (2008), dentro do grupo das esmectitas, a montmorilonita é o argilomineral mais abundante, cuja fórmula química geral é dada por $M_x(Al_{4-x}Mg_x)Si_8O_{20}(OH)_4$. Possui partículas de tamanhos que podem variar de 2 μm a tamanhos bastante pequenos como 0,1 μm em diâmetro, com tamanho médio de 0,5 μm e formato de placas ou lâminas. Pertence ao grupo dos filossilicatos 2:1, cujas placas são caracterizadas por estruturas constituídas por duas folhas tetraédricas de sílica com uma folha central octaédrica de alumina, que são unidas entre si por átomos de oxigênio que são comuns a ambas as folhas.

Industrialmente, existem dois tipos de argilas bentoníticas: *as que não expande em presença de água*, que têm o cálcio como cátion interlamelar predominante, e *as que expande em presença de água*, nas quais o sódio é o cátion interlamelar predominante.

As bentonitas sódicas adsorvem água continuamente inchando e aumentando de volume até a completa esfoliação de suas lamelas cristalinas em água, proporcionando à bentonita sódica os seus usos tecnológicos característicos e exclusivos. As bentonitas cálcicas não se esfoliam em suspensão aquosa, o inchamento de suas partículas é pequeno e elas precipitam rapidamente (TEIXEIRA-NETO E TEIXEIRA-NETO, 2009).

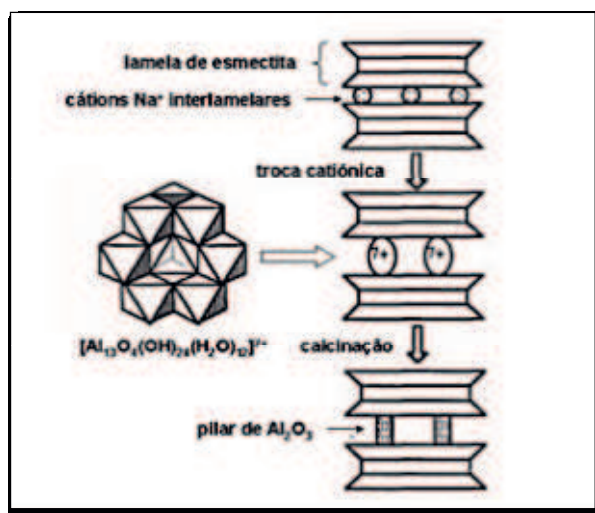
3.3 Processo de pilarização

O conceito de pilarizar um sólido lamelar como um meio de formar derivados microporosos (isto é, com diâmetro de poros menor que 2,0 μm) foi demonstrado em 1955 por Barrer, do Imperial College of Science and Technology, Londres. Ele substituiu o Na^+ em montmorilonitas-Na por $[\text{N}(\text{CH}_3)_4]^+$ (tetrametilamina-TMA), sintetizando a montmorilonita-TMA com galerias entre os cátions quaternários de amônio (COELHO, SANTOS, e SANTOS, 2007).

O processo de pilarização consiste na troca iônica entre íons presentes nos espaços interlamelares (Na^+ e Ca^{++}) de uma esmectita com polihidroxicações, originando preliminarmente uma argila intercalada, ou seja, a esmectita com o polihidroxicação em sua estrutura na região interlamelar. Através de tratamento térmico, em temperaturas variadas (300, a 700 $^\circ\text{C}$), é produzida a desidroxilação do íon intercalante resultando em óxidos com estrutura rígida que recebem o nome de pilar. Os pilares funcionam como sustentadores da estrutura esmectítica quando esta é submetida a altas temperaturas, além disto, é conferido ao sistema maior caráter ácido, devido aos grupos funcionais formados na parte externa dos pilares e da ligação pilar lamela que também produz sítios ácidos (GUERRA et al, 2006).

Um diagrama que esquematiza um dos tipos mais comuns de pilarização de argilas do tipo esmectita, com pilares de alumina, pode ser visto na Figura 3 (TEIXEIRA-NETO E TEIXEIRA-NETO, 2009).

Figura 3: Diagrama esquemático da pilarização de uma esmectita com alumina



Fonte: (TEIXEIRA-NETO e TEIXEIRA-NETO, 2009).

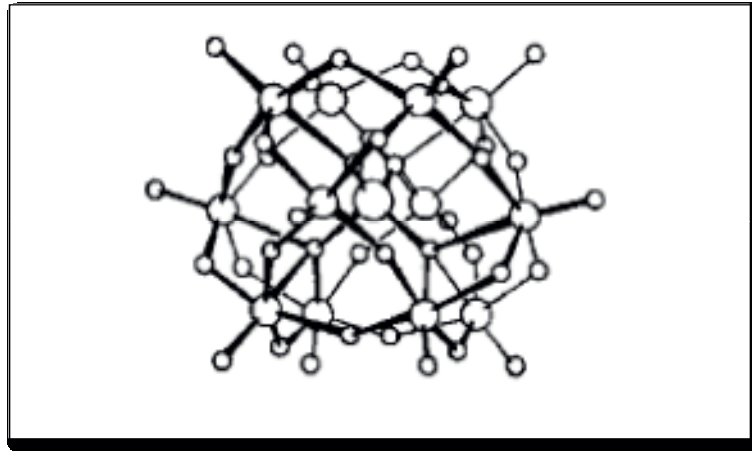
O objetivo do processo de pilarização é conferir microporosidade ao sistema, alterando as suas propriedades físico-químicas, criando materiais contendo poros de dimensões complementares aos da zeólitas entre 7 e 20 Å (GUERRA et al, 2006).

3.4 Íon de keggin

O polihidroxicátion de alumínio Al_{13} , denominado íon de Keggin, cuja fórmula é $[\text{Al}_{13}\text{O}_4(\text{OH})_{24}(\text{H}_2\text{O})_{12}]^{7+}$, é um íon do tipo Keggin, estruturas de Keggin são compostos aniônicos metal-oxigênio tendo fórmula molecular $\text{XM}_{12}\text{O}_{40}$ onde “X” é um átomo metálico central coordenado tetraedricamente e ligado a 12 átomos metálicos “M” periféricos coordenados octaedricamente. A diferença da estrutura do Al_{13} para a estrutura de um íon de Keggin normal é que um íon de Keggin é policatiônico, enquanto o Al_{13} contém somente alumínio como cátion (COELHO, SANTOS, e SANTOS, 2007).

O íon de Keggin, o precursor de agente pilarizante mais comum, é formado por um tetraedro de AlO_4 envolvido por doze octaedros de $\text{Al}(\text{OH})_3$, como mostrado na Figura 4 (LUNA e SCHUCHARDT, 1999).

Figura 4: Estrutura do íon de Keggin. Os círculos maiores representam átomos de alumínio, os menores são átomos de oxigênio.



Fonte: (LUNA e SCHUCHARDT, 1999).

3.5 Difratometria De Raios-X

3.5.1 BREVE HISTÓRICO

Os raios-X foram descobertos em 1895 por um físico alemão chamado Röntgen e foram assim nomeados por causa de sua natureza desconhecida. Apesar da ausência de informações precisas, os raios-X foram quase imediatamente aplicados por físicos e engenheiros que desejavam estudar estruturas internas de objetos opacos. Porém, somente em 1912, quando Max Von Laue descobriu a difração dos raios-X pelos cristais, pôde-se comprovar a natureza ondulatória dos mesmos e o surgimento de um novo método de investigação da estrutura atômica dos materiais (SPOMBERG, 2010).

3.5.2 RAIOS-X

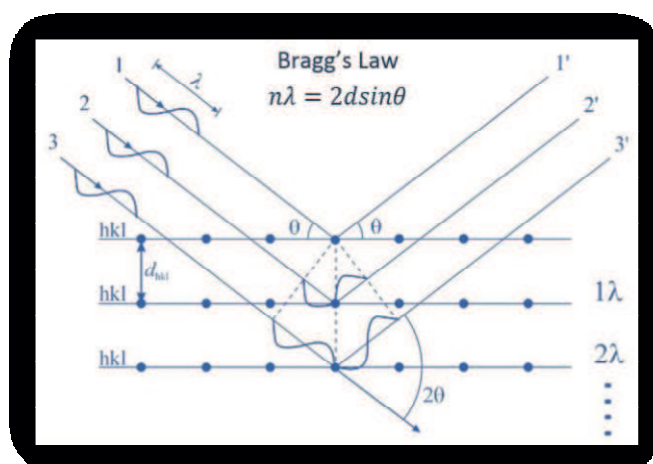
Os Raios-X são gerados quando uma partícula de alta energia cinética é

rapidamente desacelerada. O método mais utilizado para produzir raios-X é fazendo com que um elétron de alta energia (gerado no cátodo do tubo catódico) colida com um alvo metálico (ânodo). Quando esse elétron atinge o alvo, um elétron da camada K de um átomo do material é liberado na forma de fotoelétron, fazendo com que haja uma vaga nessa camada. Para ocupar o espaço deixado por esse elétron, um outro elétron de uma camada mais externa passa à camada K, liberando energia na forma de um fóton de Raio-X. A energia desse fóton corresponde à diferença de energia entre as duas camadas. Durante os primeiros estudos sobre a geração de Raios-X, foi percebido que ao aumentar a diferença de potencial entre os terminais, aumenta-se a intensidade e a faixa de comprimentos de onda produzidos pelo tubo (BLEICHER e SASAKI, 2000).

3.5.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Considerando-se dois ou mais planos de uma estrutura cristalina, as condições para que ocorra a difração de raios-X, interferência construtiva ou numa mesma fase, vão depender da diferença de caminho percorrido pelos raios-X e o comprimento de onda da radiação incidente. Esta condição é expressa pela lei de Bragg, $n\lambda = 2d\sin\theta$, Figura 6, onde “ λ ” corresponde ao comprimento de onda da radiação incidente, “ n ” a um número inteiro (ordem de difração), “ d ” à distância interplanar para o conjunto de planos hkl (índice de Miller) da estrutura cristalina e θ ao ângulo de incidência dos raios-X, medido entre o feixe incidente e os planos cristalinos (SPOMBERG, 2010).

Figura 5: Difração de raios-X e a equação de Bragg.



4 METODOLOGIA

4.1 LOCAL DE ESTUDO

A pesquisa foi realizada no Laboratório de Estudo e Tecnologia em Química (LETEQ) no CAMPUS I, da Universidade Estadual da Paraíba (UEPB).

4.2 REAGENTES

Foram utilizados para a presente pesquisa, os seguintes reagentes:

- Cloreto de Alumínio (AlCl_3), 0,2 mol/L
- Cloreto de Amônio (NH_4Cl)
- Hidróxido de Sódio (NaOH) 0,2 mol/L

4.3 PREPARAÇÃO DA SOLUÇÃO INTERCALANTE (ÍON DE KEGGIN)

Em um béquer foi adicionado 100 mL da solução de cloreto de alumínio e 1% (m/v) de cloreto de amônio sob agitação mecânica. Com o auxílio de uma bureta, 200 mL da solução de hidróxido de sódio foi adicionada gota a gota até alcançar a razão molar (OH/Al) = 2. Após adição, o pH do meio foi medido, e a solução foi deixada em repouso por 4 dias.

Esse procedimento foi repetido para as porcentagens de 2,5 e 5% de cloreto de amônio.

4.4 OBTENÇÃO DA BENTONITA INTERCALADA

Em um balão de fundo redondo foi preparado uma suspensão de 1g de bentonita com 300 mL de solução intercalante. Foi montado um sistema de aquecimento sob refluxo, onde a suspensão permaneceu sob agitação a uma temperatura de 80°C durante 3 horas. Após esta etapa a suspensão foi submetida ao processo composto por centrifugação e lavagem. Em seguida o material foi seco em estufa a 70°C durante 72 horas.

4.5 OBTENÇÃO DA BENTONITA PILARIZADA

O argilomineral resultante da etapa de intercalação foi levado ao aquecimento em mufla até uma temperatura de 400°C por 4 horas com uma taxa de aquecimento de 5°C/min. Concluído o tempo a argila foi transferida para o dessecador, onde foi deixada esfriar, e logo após armazenada em eppendorfs, para posteriormente ser caracterizada.

4.6 CARACTERIZAÇÃO DA BENTONITA PILARIZADA

A argila obtida após a etapa de pilarização foi caracterizada por Difractometria de Raios – X.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X

A difratometria de Raios-X fornece as informações mais básicas e principais na caracterização de sólidos cristalinos. O principal ponto que a difratometria de Raios-X esclarece é se houve ou não a formação de microporosidade no material, com o processo de pilarização. Além disso, pode-se obter o valor de d para a difração 001, que indica a distância entre os planos basais sucessivos (LUNA e SCHUCHARDT, 1999).

Após o processo de intercalação e calcinação, a argila contém óxidos metálicos que funcionam como pilares, mantendo as camadas separadas e expondo as superfícies internas da argila. Na figura 6 e 7, são apresentados os Difratogramas de Raios-X de uma argila bentonita natural e uma pilarizada com íon de keggin, respectivamente.

Figura 6: Difratograma da Bentonita Natural

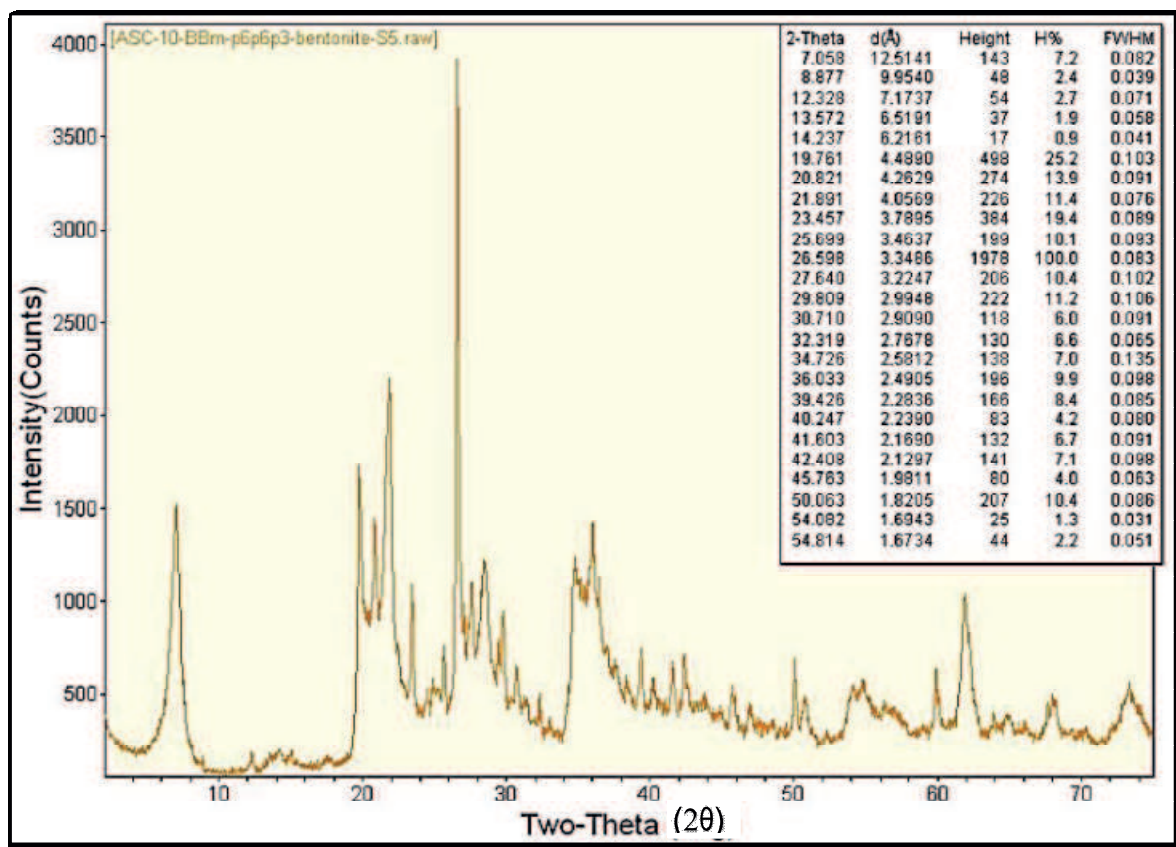
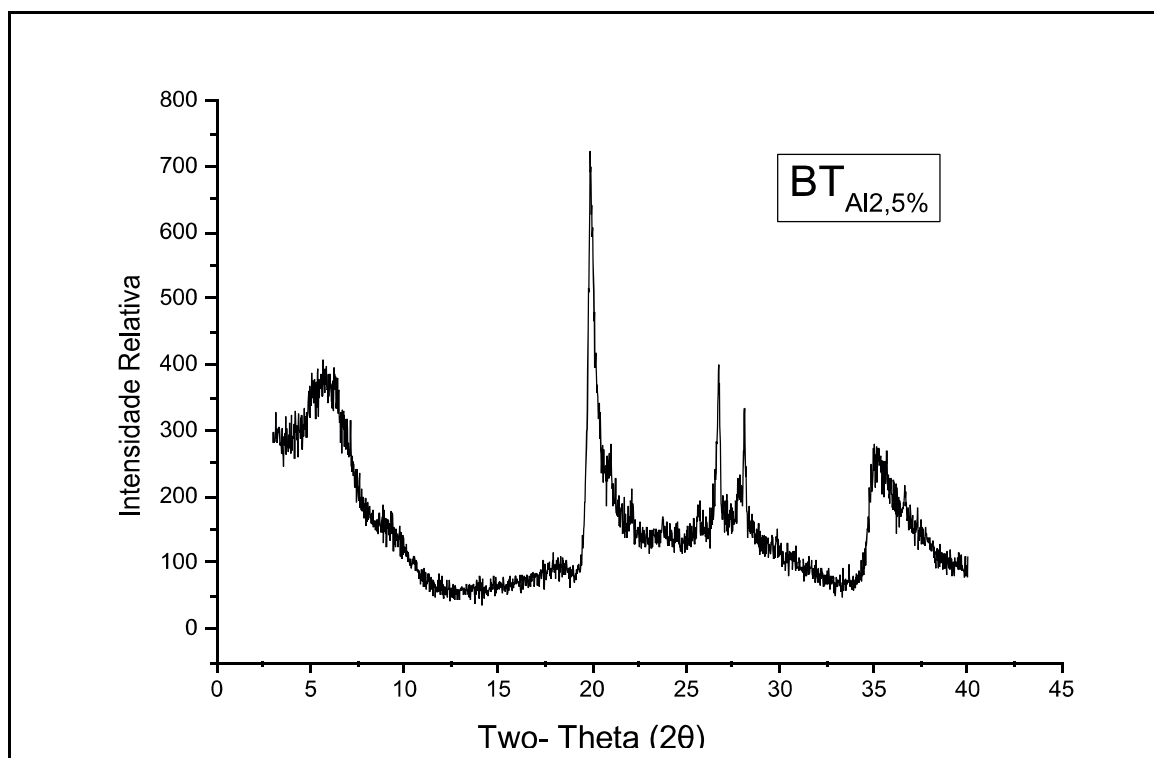


Figura 7: Difratoograma da bentonita calcinada com íon de keggin**Tabela 1:** Valores teóricos e experimentais para a Bentonita.

AMOSTRA	ÂNGULO 2θ	DISTÂNCIA INTERPLANAR (Å)
Bentonita Natural	7,058 ^a	12,51 ^a
BT _{Al2,5%}	<u>5,57</u>	<u>15,5</u>

^a dados teóricos

Observando os Difratoogramas de Raios-X e a Tabela 1, vemos que houve um deslocamento do pico ($2\theta = 7,058$) da Figura 6 (bentonita natural), em relação a Figura 7 (bentonita calcinada com íon de keggin), para ângulos menores, assim como, também houve um aumento da distância interplanar, justificado pela formação de pilares na estrutura interlamelar da argila, logo, esse fato caracteriza a pilarização da argila bentonita com o íon de keggin, almejado neste trabalho.

6 CONCLUSÃO

Os resultados obtidos neste trabalho mostram que o processo de pilarização afeta levemente a estrutura da argila, como observado pela Difratometria de Raios-X, onde nota-se uma diminuição na intensidade dos picos, todavia, não há amorfização da estrutura. Contudo, o processo de pilarização com o íon de keggin possibilitou o aumento do espaçamento basal da argila bentonita, almejado neste trabalho de pesquisa, dessa forma, essa argila poderá ser utilizada como catalisador em reações de catálise heterogênea, para a obtenção de biocombustíveis.

REFERÊNCIAS

ALVES, B. **Aplicação da argila bentonita modificada como adsorvente para remoção de hidrocarbonetos de petróleo**. 33p. Trabalho de conclusão de curso (Graduação em Química Industrial) - Universidade Estadual da Paraíba, Campina Grande. 2015.

BLEICHER, L.; SASAKI, J. **Introdução à difração de raios-x em cristais**. Universidade Federal do Ceará. 2000. disponível em: <<http://www.raiosx.ufc.br/site/wp-content/uploads/downloads/2013/01/apostila.pdf>> Acesso em 08 de Dezembro de 2017.

CARRERA-MORALES , A.; VARAJÃO, A.; GONÇALVES, M.; STACHISSINI, A. (2009). **Argilas bentoníticas da península de santa elena, equador: pilarização, ativação ácida**. Química Nova, V. 32, No 9, p. 2287-2293. 2009.

COELHO, A.; SANTOS, P.; SANTOS, H. **Argilas especiais: argilas quimicamente modificadas – uma revisão**. Química Nova, V. 30, No 05, p. 1282-1294. 2007.

GUERRA, D.; LEMOS, V.; ANGÉLICA, R.; AIROLDI, C. **Influência da razão Al/argila no processo de pilarização de esmectita**. cerâmica, V. 52, p. 200-206. 2006. disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/ce/v52n323/32090.pdf>> Acesso em: 27 de outubro de 2017.

LUNA, F.; SCHUCHARDT, U. **Argilas pilarizadas-uma introdução**. Química nova, V. 22, p. 104-109. 1999. disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/%0D/qn/v22n1/1144.pdf>> Acesso em 17 de outubro de 2017.

MEIRA, João M. L. **Argilas: o que são, suas propriedades e classificações**. comunicações técnicas, 2001. disponível em <http://www.visaconsultores.com/pdf/VISA_com09.pdf> Acesso em: 25 de outubro de 2017

OCEANOGRAFIA E AFINS. **Sedimentologia**. disponível em: <<https://oceanografiaefins.wordpress.com/2016/04/10/sedimentologia/>> Acesso em 08 de Dezembro de 2017.

PATRICIO, J.; HOTZA, D.; JÚNIOR, A. **Argilas adsorventes aplicadas à clarificação de óleos vegetais**. cerâmica, V.60, p. 171-178. 2014. disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/ce/v60n354/a02v60n354.pdf>> Acesso em: 25 de outubro de 2017.

PERGHER, S.; SPRUNG, R. **Pilarização de uma argila brasileira com poliidroxições de alumínio: preparação, caracterização e propriedades catalíticas**. Química Nova, V. 28, No 05, p. 777-782. 2005.

SILVA, A.; FERREIRA, H. **Argilas bentoníticas: conceitos, estruturas, propriedades, usos industriais, reservas, produção e produtores/fornecedores nacionais e internacionais**. Revista Eletrônica de Materiais e Processos, V 3.2, p. 26-35 disponível em: <http://www2.ufcg.edu.br/revista-remap/index.php/REMAP/article/viewFile/77/91>> Acesso em: 26 de outubro de 2017.

SPOMBERG, S. **Uso de difratometria de raios-x na quantificação de ferrita e austenita em aços inoxidáveis dúplex**. 113p. Relatório de Iniciação Científica (PIBIC), Centro Universitário FEI, São Bernardo do Campo-SP. 2010.

TEIXEIRA-NETO, É.; TEIXEIRA-NETO, Â. A. **Modificação química de argilas: desafios científicos e tecnológicos para obtenção de novos produtos com maior valor agregado**. Química Nova, V. 32. No 03, 2009.