# Emprego do catalisador Nb2O5/Al2O3 na reação de desidratação da xilose a furfural em fase líquida.

Julia L. M. Lima\*, Letícia F. de Lima, Silvia F. Moya, Raphael S. Suppino.

#### Resumo

O furfural é uma molécula plataforma aplicada na produção de inúmeros compostos e pode ser sintetizado a partir da desidratação da xilose, um açúcar oriundo da biomassa lignocelulósica. Neste trabalho estudou-se esta reação conduzida à 160 °C, utilizando Nb2O5/Al2O3 como catalisador e água como solvente. O catalisador foi submetido às caracterizações adsorção de N2, TGA, DRX e XRF, por meio das quais identificou-se que o material possuía alta área superficial e baixa cristalinidade. A análise da reação após 6 horas mostrou uma conversão de 87,4% e seletividade 35,0%, evidenciando a formação de subprodutos.

#### Palavras-chave:

Nióbio, xilose, furfural.

#### Introdução

Realizando-se a reação de desidratação da xilose, uma pentose oriunda da biomassa lignocelulósica, é possível obter o furfural, uma molécula plataforma bastante versátil. Esta reação vem sendo estudada há muitos anos, com destaque para a catálise heterogênea<sup>1</sup>. O Brasil detém uma das maiores reservas de nióbio do mundo<sup>2</sup> sendo que o óxido nióbio possui características interessantes para essa reação, como elevado número de sítios ácidos. Além disso, é possível utilizar óxidos de nióbio suportados como catalisadores aumentando assim a área superficial, com destaque para a γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> como suporte, a qual pode proporcionar um aumento dos sítios ácidos de Lewis<sup>3</sup>. Diante disso, este trabalho objetiva o estudo da reação de desidratação da xilose a furfural, utilizando como catalisador o Nb2O5 suportado em γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e água como solvente.

# Resultados e Discussão

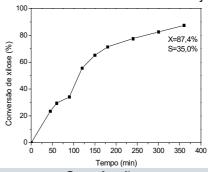
O preparo do catalisador suportado consistiu em diversas etapas, iniciando-se pela calcinação do suporte γ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sob fluxo de ar sintético a 500 °C, durante 6 h. Em seguida, sintetizou-se o catalisador através de uma impregnação úmida, utilizando oxalato de nióbio amoniacal como sal precursor e o suporte calcinado, a fim de se obter 16 wt% de Nb2O5. Esta etapa foi realizada em um rotaevaporador durante 2 h a 80 °C. Posteriormente o material permaneceu em uma estufa durante 12h a 80 °C e, por fim, foi calcinado a 400 °C durante 4 h sob fluxo de ar sintético. Após o preparo, o suporte e o catalisador foram submetidos às seguintes caracterizações: adsorção de N<sub>2</sub>, difração de raios X (DRX), análise termogravimétrica (TGA), e fluorescência de raios X (XRF). Os testes catalíticos foram conduzidos em um reator Parr, utilizando massa total de 200 g, sendo a concentração de xilose igual a 20 g/kg em relação a massa do sistema e a massa de catalisador correspondeu a 20 % da massa de xilose adicionada<sup>4</sup>. A reação foi realizada a 160 °C com pressão de 30 bar de atmosfera inerte de N2. As alíquotas retiradas ao longo de 6 h foram s foram quantificados em HPLC.

**Tabela 1.** Resultados das análises Adsorção de  $N_2$  e XRF.

•	
Adsorção de N <sub>2</sub>	XRF (%mássico)
Área superficial: 108 m²/g	Nb <sub>2</sub> O <sub>5:</sub> 11,8
Diâmetro de poros: 76 Å	v-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 87.4

A partir da análise DRX observou-se que o catalisador permaneceu predominantemente amorfo após o preparo. Por meio da TGA foi possível estabelecer a temperatura de calcinação do catalisador de modo que este não cristalizasse (400 °C). Após 6 horas de reação os valores finais de conversão e seletividade foram 87,4% e 35,0%, respectivamente. O desempenho do catalisador está exposto na Figura 1.

Figura 1. Conversão da xilose durante a reação.



## Conclusões

A metodologia utilizada para sintetização do catalisador  $Nb_2O_5/Al_2O_3$ conferiram elevada área específica ao material além predominantemente amorfo, características essenciais para que moléculas reagentes acessem a superfície do material e a reação ocorra. No entanto, observou-se que o percentual mássico de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> obtido foi menor do que o esperado. Por fim, os resultados após a quantificação dos pontos da reação indicaram elevada conversão da xilose porém baixa seletividade, evidenciando a formação de subprodutos.

### **Agradecimentos**

Os autores agradecem à FAPESP (Proc. 2018/20532-0) e ao CNPq (Proc. 142364/2016-9). O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior — Brasil (CAPES) — Código de Financiamento 001.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Luo, Y.; Li, Z.; Li, X; Liu, X.; Fan, J.; Clark, J. H.; Hu, C. Catal. Today, v. 319, p. 14-24, 2019.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Eckert, J. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry: Niobium and niobium compounds. Wiley-VCH. 2012.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Datka, J.; Turek, A. M.; Jehng, J. M.; Wachis, I. E. *J. Catal.*, v. 135, p. 186-199, **1992**.

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> García-Sancho, C.; Agirrezabal-Telleria, I.; Güemez, M. B.; Maireles-Torres, P. *Appl. Catal. B*, v. 152-153, p. 1-10, **2014**.