

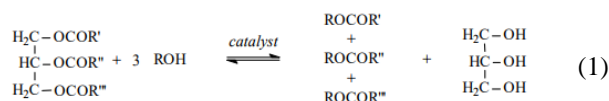
# PRODUÇÃO DE BIODIESEL CATALISADA POR Nb<sub>5</sub>O<sub>2</sub> SUPORTADO EM NANOPARTÍCULA MAGNÉTICA

Allan Patrick Bouy<sup>1</sup>, Luis Fernando Peffi Ferreira<sup>2</sup>, Marcos Makoto Toyama<sup>3</sup>  
Departamento de Engenharia Química, Centro Universitário da FEI  
allanbouy@gmail.com, mtoyama@fei.edu.br

**Resumo:** Este trabalho tem como objetivo o levantamento de diferentes propriedades relevantes dos reagentes e catalisador envolvidos na reação de transesterificação como Índices de Saponificação (IS) e acidez (IA) e massa molar para o primeiro e composição, tamanho de partícula e potencial zeta para o segundo. Ainda, objetiva-se a síntese e determinação das influências das condições de reação no rendimento do procedimento.

## 1. Introdução

A substituição dos combustíveis fósseis tem sido motivada por fatores ambientais, econômicos e sociais. Nesse contexto, uma alternativa que se tem destacado é o uso de biocombustíveis de origem vegetal como o de óleo de soja e utilizando álcoois de cadeia curta como o metanol ou etanol. Neste cenário, é interessante o enfoque no biodiesel que pode possuir características energéticas extremamente similares ao diesel de petróleo, tornando-se uma das maiores apostas de combustível “verde” [1]. Este é produzido através de uma reação de transesterificação catalisada, na qual um triglicerídeo reage com um álcool, gerando como produto glicerina e uma mistura dos ésteres. No caso, reage-se óleo de soja com metanol, utilizando-se como catalisador heterogêneo de nanopartículas de óxido de nióbio (Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) suportadas em nanopartículas superparamagnéticas em óxido de ferro (SPIONs), conforme a reação a seguir:



Dessa forma visamos gerar efeitos sinérgicos entre as partes constituintes, explorando as propriedades coordenantes e as características ácido-base de Lewis e/ou Brønsted em reações orgânicas de oligomerização, craqueamento, isomerização, transesterificação, ciclização e hidratação dos óxidos metálicos. A catálise heterogênea traz relevantes benefícios ao processo, como grande área superficial, recuperação simplificada, diminuição de produtos secundários e níveis de impurezas e acaba sendo uma opção promissora comercial, econômica e tecnicamente, se comparado com o equivalente homogêneo [2], ainda mais se levado em consideração a crescente preocupação e investimentos em processos ambientalmente mais corretos. O uso de catalisadores de nióbio de alta acidez na superfície, pode demonstrar alta atividade e seletividade, extrema eficiência, ser facilmente recuperável e ter vida útil elevada.

O objetivo deste trabalho está na caracterização desse novo nanomaterial, mostrando também a viabilidade de

aplicação em catálise orgânica de reações com terpenos, tais como a isomerização ou a hidratação de terebentina, levando a canfeno ou  $\alpha$ -terpineol, produtos importantes na indústria de limpeza e cosméticos. Em contrapartida, as reações de transesterificação não obtiveram sucesso quando foram utilizadas condições mais drásticas, como será comentado em seção posterior. Estão sendo elaboradas estratégias de mudança no catalisador, afim de superar essas dificuldades na produção de biodiesel em condições menos energéticas.

## 2. Metodologia

Como reagentes foram utilizados óleo de soja e metanol, com presença de catalisador heterogêneo de óxido de nióbio suportado em SPIONs, sintetizado pelo Laboratório de Química Supramolecular e Nanotecnologia da USP (LQSN). Os principais equipamentos utilizados para a caracterização das nanopartículas são: zetasizer Nano Range da Malvern, difratômetro de raios X modelo D2 Phaser da Brucker e espectrômetro de raio X modelo EDX-720 da Shimadzu, disponibilizados pelo LQSN e software MAUD. Tais análises são essenciais tanto para a validação e controle do método quanto para própria confirmação composição esperada.

## 3. Resultados

Seguem os resultados obtidos para caracterização do nanomaterial, como os dados obtidos por DLS e TEM (Figuras 1 e 2), para a caracterização do tamanho de partícula, e potencial zeta (Figura 3):

-Tamanho da partícula: Obteve-se diâmetro médio (em relação ao raio hidrodinâmico) de 31,10 nm e polidispersividade de 0,167, o que indica grande consistência características homogêneas entre partículas. Abaixo consta parte do relatório:

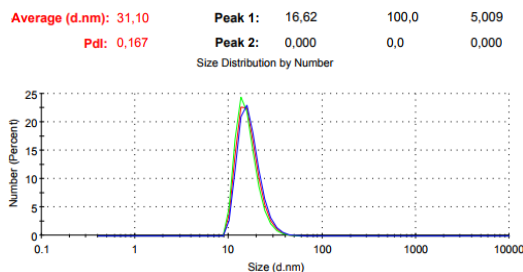


Figura 1: Distribuição de raio hidrodinâmico

-Imagem das nanopartículas por TEM (*transmission electron microscopy*).

A análise estatística da imagem, mostra o valor médio do diâmetro das partículas entre 7 e 12 nm.

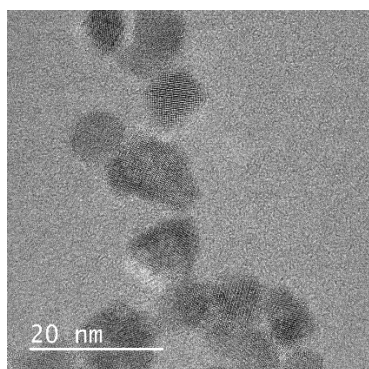


Figura 2: Imagem do catalisador obtido por TEM.

- Potencial Zeta: Foi obtido potencial de  $-61,4\text{V}$ , um valor negativo e maior do que  $-30\text{V}$ , o que indica presença de grupo  $\text{O}^-$  em sua superfície e possui grande estabilidade. Abaixo consta parte do relatório gerado:

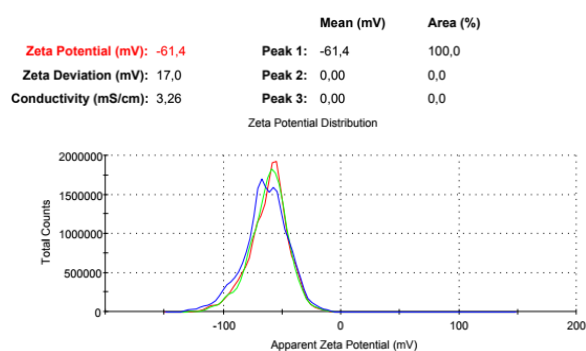


Figura 3: Distribuição de potencial zeta

- Análise elementar: foi obtido um excelente *fitting* entre os dados experimentais e a base de dados para os componentes esperados que consta de uma biblioteca virtual, no caso magnetita e  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , como evidenciado abaixo (Figura 4), com a imagem do software utilizado para comparação:

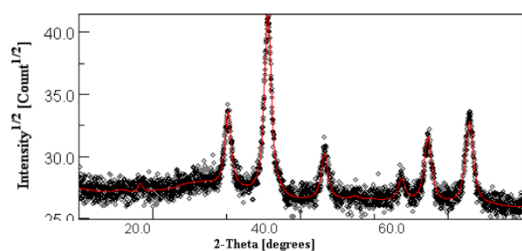


Figura 4: Fitting do difratograma de raio-x

- Massa molar do óleo:

Tabela 1: Resultados de IA e IS.

Amostra	IA (mg KOH /g amostra)	IS (mg KOH /g amostra)
1	0,12961	196,1142
2	0,18118	200,4392
média	0,15540	198,2767
MM	849,564 g/mol	

- Biodiesel: Não foram obtidas conversões aparentes em biodiesel na condição de temperatura limite dos equipamentos em questão, no caso o limitante é a temperatura máxima de operação de  $60^\circ\text{C}$  do Shaker

orbital modelo 43R da marca Inova. A fim de atingir maiores temperaturas, foi montado um sistema com o catalisador imobilizado em reator tubular e passagem em contra-corrente de vapor de metanol ascendente e óleo de soja descendente (Figura 5), ambos a  $80^\circ\text{C}$ , porém, não foi possível estabilizar os fluxos de reagentes.

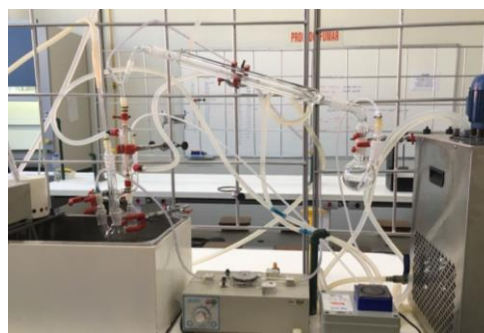


Figura 5: Sistema de reação em contra-corrente

Foi possível constatar que o catalisador em questão efetivamente catalisa reações de isomerização de  $\alpha$ - e  $\beta$ -pinenos. Como melhor resultado, obteve-se 100% de conversão da terebentina em um grupo de produtos, com seletividade máxima de 29% para canfeno e p-cimeno, relevantes na indústria de cosméticos e limpeza. Para essa reação foi utilizado o catalisador impregnado com ácido fosfotungstico (heteropoliácido) em uma sonda de ultrassom por 20 minutos.

#### 4. Conclusões

Foi obtida uma importante base de caracterização dos reagentes a fim de constatar as qualidades e propriedades destes. Foi encontrada uma massa molar de  $850,564\text{g/mol}$  para o óleo de soja, a partir de dados de IA e IS, que se aproxima de dados de literaturas e artigos. Foram também encontrados valores consistentes de tamanho de partícula ( $31,10\text{ nm}$ ), Potencial Zeta ( $-61,4\text{ V}$ ) e de composição, pelo fitting de difratograma de raio-x.

#### 5. Referências

- [1] HUANG, D.; ZHOU, H.; Lin, L.; Biodiesel: an Alternative to Conventional Fuel. Energy Procedia, vol. 16, p. 1874-1885, 2012
- [2] KNOTHE, G. The Biodiesel Handbook, Second Edition. Editora AOSC, Illinois, EUA, 2010
- [3] LOSANO, L.; Estudo de isomerização de terpenos presentes na terebintina, 2018.

#### Agradecimentos

Ao Laboratório de Química Supramolecular e Nanotecnologia (LQSN) do IQUSP pela produção do catalisador e disponibilização de laboratório e equipamentos.

Ao Prof. Dr. Luis Humberto Avanci pela análise dos dados de DRX e ao Técnico Dr. Alceu Totti Jr do LQSN pelos dados de EDX.

<sup>1</sup> Aluno de IC do Centro Universitário FEI. Projeto com vigência de 08/17 a 07/18.