



UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS
CENTRO DE TECNOLOGIA
GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA



CTEC

**SÍNTESE DE BIODIESEL A PARTIR DA REAÇÃO DE
TRANSESTERIFICAÇÃO DE ÓLEO DE SOJA ETÍLICO CATALISADO
POR HIDRÓXIDOS DUPLOS LAMELARES**

Bruno Felipe Bernardo de Lima

Maceió – Alagoas

Maio de 2020

Bruno Felipe Bernardo de Lima

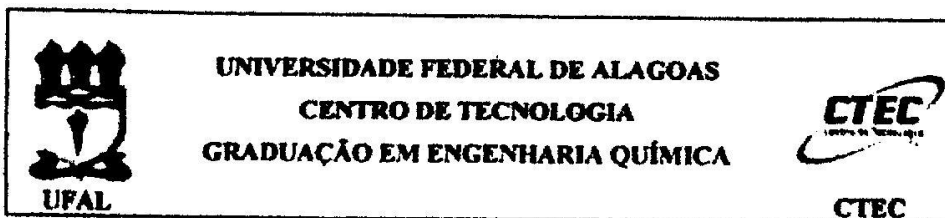
**SÍNTESE DE BIODIESEL A PARTIR DA REAÇÃO DE
TRANSESTERIFICAÇÃO DE ÓLEO DE SOJA ETÍLICO CATALISADO
POR HIDRÓXIDOS DUPLOS LAMELARES**

Trabalho de conclusão de curso
apresentado ao Centro de Tecnologia
(CTEC) da Universidade Federal de
Alagoas.

Orientadora: Prof^ª. Dr^ª. Amanda S. Peiter

Maceió – Alagoas

Maio de 2020



Membros da banca Avaliadora do Trabalho de Conclusão do Curso de Bruno Felipe Bernardo de Lima, apresentado ao Centro de Tecnologia da Universidade Federal de Alagoas em 19 de maio de 2020.

Comissão Avaliadora:

Amanda Santana Peiter

Prof. Dr. Amanda S. Peiter CECA - UFAL (Orientadora)

João Inácio Soletti

Prof. Dr. João Inácio Soletti CTEC - UFAL

Hugo Valença de Araújo

Prof. Dr. Hugo Valença CTEC - UFAL

Wagner Roberto de Oliveira Pimentel

Wagner Roberto de Oliveira Pimentel
SIAPE: 1545267

AGRADECIMENTOS

Primeiramente meu muito obrigado a Deus, por me capacitar e abençoar ao longo de toda minha vida, além de permitir que eu fizesse da UFAL minha segunda casa ao longo de todo esse tempo podendo cursar duas graduações.

Aos meus queridos pais, que nunca mediram esforços para que eu pudesse estudar e nunca me faltasse nada. Obrigado, mainha e painho, por serem meu alicerce e por me apoiarem sempre. Eu amo muito vocês!

Ao meu irmão, Igor Fernando, companheiro de faculdade e profissão, obrigado por todo companheirismo e carinho.

À minha esposa, Lívia, que pôde acompanhar de perto toda essa luta, desde o início, sempre me ouvindo e me encorajando a ser uma pessoa melhor. Te amo!

Aos meus amigos da Engenharia e da Matemática que estiveram junto comigo nessa caminhada: obrigado por toda resenha, conversas, apoio, risadas e churrascos.

À minha orientadora, Amanda Peiter, obrigado por todo apoio.

RESUMO

O uso de combustíveis fósseis é a principal causa do aumento da concentração de gases do efeito estufa na atmosfera. Segundo a Organização das Nações Unidas (ONU), a temperatura média da Terra aumentará entre 1,8 e 4 °C até o ano de 2100 e isto deverá acelerar o derretimento das geleiras, elevar o nível dos oceanos e provocar intensos furacões. O balanço hídrico do planeta também deverá ser alterado, paralelamente ao índice pluviométrico de várias regiões. O esgotamento das fontes de energia não renováveis, como petróleo e o carvão, tem impulsionado novas pesquisas por combustíveis derivados de fontes renováveis de energia. Como exemplo tem-se o biodiesel, um combustível não fóssil, biodegradável e não-tóxico o qual pode substituir total ou parcialmente o diesel de petróleo em motores de ciclo diesel, sem a necessidade de qualquer adaptação. O biodiesel é sintetizado a partir de matérias-primas como o óleo de vegetais e gordura animal, tem baixa emissão de poluentes e é ambientalmente benéfico e limpo. Ele pode ser obtido através da reação de transesterificação com álcoois na presença de um catalisador ácido, básico ou enzimático, que pode ser homogêneo ou heterogêneo.

O objetivo deste trabalho foi a produção de biodiesel de soja etílico através da transesterificação usando o catalisador heterogêneo, hidróxidos duplos lamelares (HDL). Sintetizou-se o MgAl/HDL suportado em biochar em três diferentes relações Mg/Al, 2:1, 3:1 e 4:1. Produziremos os derivados óxidos a partir dos três compostos de HDL. Os derivados óxidos de HDL (DO) foram produzidos por meio de um processo de calcinação, onde os HDLs produzidos foram calcinados em forno tubular com fluxo de N₂ em diferentes temperaturas finais, com tempo de residência de 8 h e rampa de 10 °C/min.

Palavras-chaves: Biodiesel, hidróxido duplo lamelar, transesterificação

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	06
2 OBJETIVOS	08
2.1 Objetivo geral	08
2.2 Objetivos específicos	08
3 REVISÃO LITERÁRIA	09
3.1 Aspectos históricos e gerais sobre o biodiesel	09
3.1.1 Breve histórico	09
3.1.2 Aspectos Gerais do biodiesel	10
3.2 Método de produção do biodiesel	11
3.2.1 Matéria Prima: Soja	12
3.2.2 Reação de Transesterificação	12
3.2.3 Catálise Heterogênea	15
3.2.4 Hidróxidos Duplo Lamelares	16
4 MATERIAIS E MÉTODOS	18
4.1 Materiais e reagentes	18
4.2 Síntese do biodiesel	18
4.3 Caracterizações	19
4.3.1 Cromatografia gasosa	19
4.3.2 Rendimento	20
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES	21
6 CONCLUSÃO	24
REERÊNCIAS	25

1 INTRODUÇÃO

Hoje, ainda, a maior parte da energia consumida no mundo é oriunda de combustíveis fósseis. O consumo de petróleo, como combustível, apresenta dois problemas: político-econômico, quando há a elevação dos preços dos barris e ambiental, quando há queima do combustível em questão (ABREU, 2013). Por ser um combustível de origem fóssil, o petróleo não é considerado uma fonte renovável de energia. Assim, sabe-se que se continuar com o atual ritmo de exploração, haverá petróleo suficiente para consumo por muitos anos. Porém, quando esta exploração atingir a sua capacidade máxima, a produção de petróleo diminuirá e com isso será necessária a utilização de novos combustíveis, por exemplo o biodiesel (DELATORRE *et al.*, 2011).

O biodiesel é um combustível promissor, que provém de fontes renováveis, sendo caracterizado como biocombustível, ou seja, gera menor impacto ambiental (DELATORRE *et al.*, 2011). O emprego desses combustíveis é bastante atrativo levando em conta o aspecto ambiental, além de ser uma energia de fonte renovável que contribui para diminuir a dependência de utilização de derivados de petróleo (FERRARI; OLIVEIRA; SCABIO, 2005).

Dentre as formas de produção de biodiesel, encontra-se a reação de transesterificação. Esta reação ocorre através da reação de óleos vegetais com álcoois metílicos ou etílicos na presença de um catalisador. Esse processo consiste na quebra da molécula de triglicérido, dando como produtos da reação ésteres etílicos ou metílicos dos ácidos graxos correspondentes, tendo como subproduto a glicerina, ver Figura 1.

Figura 1 - Reação de transesterificação de triglicéridos com álcool



MENEGHETTI *et al.*

No cenário de desenvolvimento de novos biocombustíveis em sinergia com questões econômicas e ambientais, a produção de biodiesel a partir de óleos vegetais permanece como objetivo de muitos estudos científicos. Constituindo assim, o ponto de partida para o desenvolvimento deste trabalho: síntese de biodiesel a partir da reação de transesterificação de

óleo de soja catalisado por hidróxidos duplos lamelares. Foi realizada uma série de experimentos para sintetizar o catalisador que foi utilizado na reação de transesterificação e a segunda parte de experimentos foi a produção de biodiesel através da reação de transesterificação, posteriormente caracterizando os produtos com técnicas analíticas. A partir desses experimentos verificou-se e avaliou-se o rendimento de acordo com a modificação de alguns parâmetros: 1) Concentração de catalisador, 2) Tempo de reação e 3) Proporção molar óleo/álcool.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Estudar o processo de produção do biodiesel de soja etílico através da reação de transesterificação, utilizando catalisador heterogêneo HDL.

2.2 Objetivos Específicos

- Produzir biodiesel através da reação de transesterificação;
- Estudar a reação para produção de biodiesel modificando alguns parâmetros:
1) Concentração de catalisador, 2) Tempo de reação e 3) Proporção molar óleo/álcool;
- Verificar o rendimento através de cromatografia gasosa;

3 REVISÃO LITERÁRIA

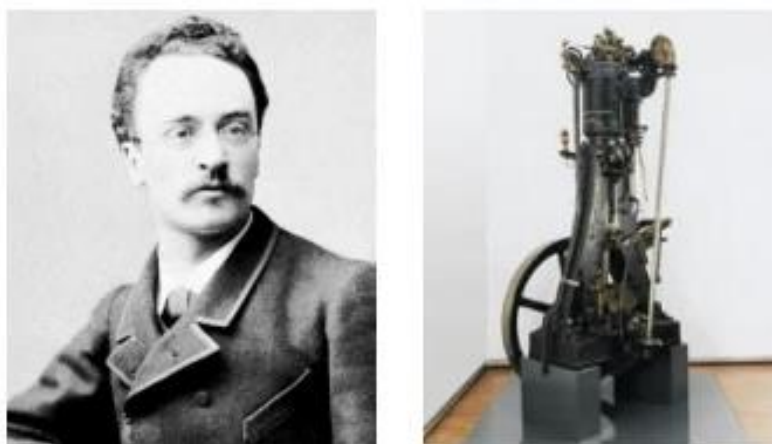
3.1 Aspectos histórico e gerais sobre o biodiesel

3.1.1 Breve histórico

A história do estudo do biodiesel começou no ano de 1895 quando Rudolf Diesel e Henry Ford perceberam que os óleos vegetais proporcionavam um combustível inovador com características industriais, entretanto, com o avanço da indústria e a utilização exagerada de petróleo e também de seus derivados, fez com que os dois empresários visionários adiassem seus sonhos para o desenvolvimento de um combustível novo e limpo (MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO, 2006).

Em 1900 o biodiesel foi apresentado por Rudolf Diesel. Sua proposta era um motor à diesel funcionando com óleo de amendoim, ver Figura 2, entretanto, ele relatou que este óleo era bastante viscoso e, portanto, deveria passar por algum processo químico para diminuir sua viscosidade (KNOTHE et al., 2006). Em 1970, deu-se início a crise petroleira deixando em evidência a necessidade da utilização de novos combustíveis que não fossem derivados do petróleo, esta década foi considerada o marco no processo de estudo do biodiesel (QUESSADA et al., 2010).

Figura 2 – Rudolf Diesel (1858–1913) e sua invenção



Fonte: RAMOS et al., 2011

Enquanto no mundo os estudos sobre o biodiesel se expandiam, no Brasil seu aparecimento ocorreu no ano de 1982, quando a indústria automobilística decidiu realizar experimentos. Apesar dos resultados apresentarem pontos positivos, a concorrência com os

produtos derivados de petróleo ainda era desleal, somente após a crise petroléira que o biodiesel começou a ser visto como um produto economicamente viável, já que os preços dos derivados do petróleo aumentaram exacerbadamente. (MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO, 2006).

3.1.2 Aspectos gerais do biodiesel

O biodiesel é uma mistura de ésteres metílicos ou etílicos derivados da reação de transesterificação de um triglicerídeo com um álcool de cadeia curta, na presença de um catalisador, que por sua vez, no processo envolvido, pode ser de caráter ácido, básico ou enzimático, classificando-se como catalisador homogêneo ou heterogêneo (COLOMBO; BARROS, 2009).

Tendo como objetivo a utilização de um combustível benéfico e biodegradável, deve-se ressaltar a produção do biodiesel, visto que suas características físico-químicas que se assemelham muito ao diesel convencional do petróleo. As vantagens que levam o uso do biodiesel como combustível alternativo aos derivados do petróleo é o crescimento exponencial de seu mercado. Isso ocorre devido a sua contribuição ao meio ambiente, que diminui os níveis de poluição ambiental, principalmente nos grandes centros urbanos (PEITER, 2017).

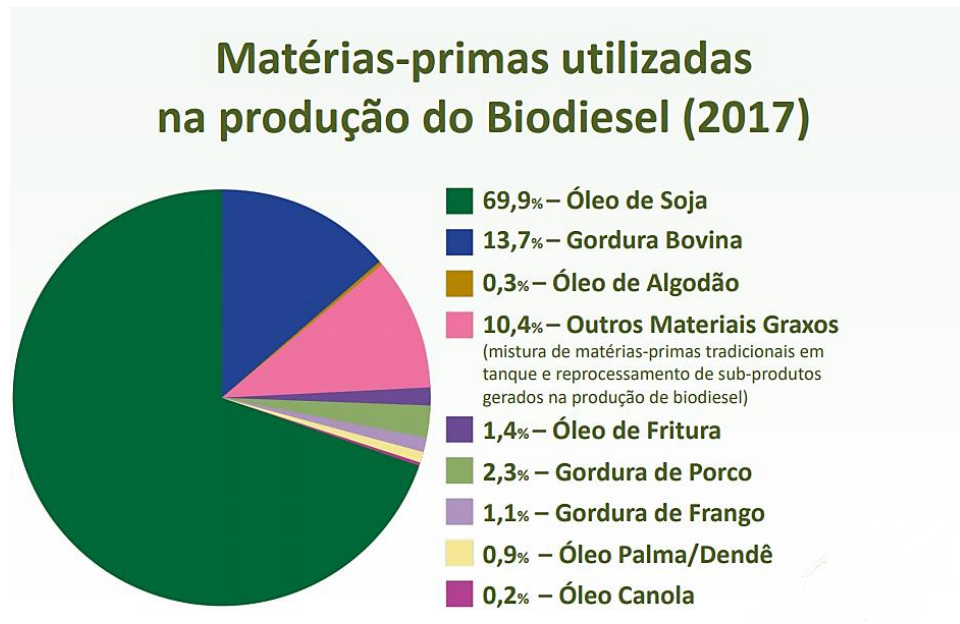
Além da diminuição dos impactos ambientais proporcionados pela produção e uso do biodiesel, outros fatores também podem ser mencionados como vantagens, são eles: aspectos sociais, econômico e político. De acordo com o Ministério de Minas e Energia (2017) o cultivo de matérias-primas e a produção industrial de biodiesel, ou seja, a cadeia produtiva do biodiesel tem grande potencial de geração de empregos, promovendo, dessa forma, a inclusão social, especialmente quando se considera o amplo potencial produtivo da agricultura familiar.

Óleos vegetais, gorduras animais e óleos de fritura, são produzidos através de oleaginosas, que é o principal pilar para a produção de biodiesel (BARROS; WUST; MEIER, 2008). Desta forma é importante escolher a matéria prima adequada, já que aproximadamente 75% do custo do processo de produção é de sua responsabilidade. A escolha da matéria prima varia de acordo com a região, por exemplo, na Europa a principal oleaginosa é a colza, enquanto na América, encontra-se a soja, já na Ásia, é utilizada o óleo da palma (BARROS; WUST; MEIER, 2008).

Segundo Lopes (2008), no nordeste brasileiro, podem ser cultivadas algumas oleaginosas como: mamona, amendoim, gergelim, babaçu, soja e dendê. Desta forma, pode ser

visto que no Brasil encontra-se uma diversidade de matéria prima para produção do biodiesel, destacando a soja como a mais utilizada, ver Figura 3.

Figura 3 – Matérias-primas para produção de biodiesel no Brasil



Fonte: GOMES FILHO et al

Dentre os fatores predominantes para a obtenção de um biodiesel de qualidade, ressaltamos quatro fundamentais escolhas, são elas: matéria-prima, seleção de catalisadores, escolha da rota e a forma de conduzir o processo, variando algumas condições. Essas escolhas podem ser exploradas no método de produção do biodiesel.

3.2 Método de produção do biodiesel

Esterificação, transesterificação e craqueamento térmico são definidos como rotas para a produção do biodiesel. (GOMES FILHO et al., 2015)

Já mencionados alguns métodos para produção desse combustível podemos destacar a reação de transesterificação, onde outros componentes químicos estão envolvidos além da matéria prima (óleos vegetais, animais ou resíduos gordurosos), são eles: o álcool de cadeia curta, metanol ou etanol, e o catalisador, este com caráter ácido, básico ou enzimático. (FONTANA, 2011)

3.2.1 *Matéria – Prima: Soja*

A soja é uma espécie de origem asiática, mais precisamente China e Japão, e foi introduzida no Brasil no final da década de 60. Dentre os grandes produtores mundiais da soja, podemos destacar os EUA, Brasil e Argentina. O território brasileiro é considerado a maior área de cultivo desta oleaginosa, tendo como destaque os estados do Mato Grosso, Paraná, Rio grande do Sul e Goiás, que juntos concentram 67% da safra nacional, segundo Embrapa (2018).

O processo de industrialização da soja divide-se em duas etapas principais: a produção do óleo bruto, tendo como produto o farelo e o refino deste óleo produzido. A obtenção do óleo bruto e do farelo ocorre através de três etapas: 1) Armazenamento de grãos; 2) Preparação de grãos e 3) Extração do óleo bruto (MANDARINO; ROESSING, 2001). A principal utilização da soja, tanto no Brasil quanto no resto do mundo é como matéria prima para indústria de esmagamento que produz óleo e farelo. O farelo, rico em proteína, é usado para produção de rações de aves, suínos e bovinos. Já o óleo é utilizado tanto para indústria alimentícia quanto para indústria de lubrificantes e solventes. Entretanto, nos últimos anos, ele vem ganhando destaque na produção de biodiesel (MANDARINO; ROESSING, 2001).

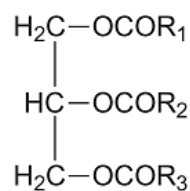
Segundo Knothe et al. (2005) estes ácidos graxos, cuja proporção relativa é mantida constante após a reação de transesterificação, compõem mais de 95% do teor de ácidos graxos do óleo e tal característica é relativamente constante para a grande maioria dos óleos comerciais disponíveis no mercado.

3.2.2 *Reação de Transesterificação*

Transesterificação é um termo geral usado para descrever uma classe de reações orgânicas onde um éster é transformado em outro através da troca do resíduo alcoxila (RO⁻) (GERIS et al., 2007). A reação de transesterificação, também chamada de alcoólise, é definida como reação química que leva a transformação de óleos ou gorduras de origem vegetal ou animal com álcoois de cadeia curta em biodiesel (KNOTHE et al). Entretanto, esta reação possui caráter reversível, desta forma adiciona-se álcool em excesso, deslocando a reação para formação dos produtos, de acordo com o Princípio de Le Chatelier, contribuindo assim, para aumentar o rendimento do éster (produto) e permitir a sua separação do glicerol formado (PINTO et al., 2005).

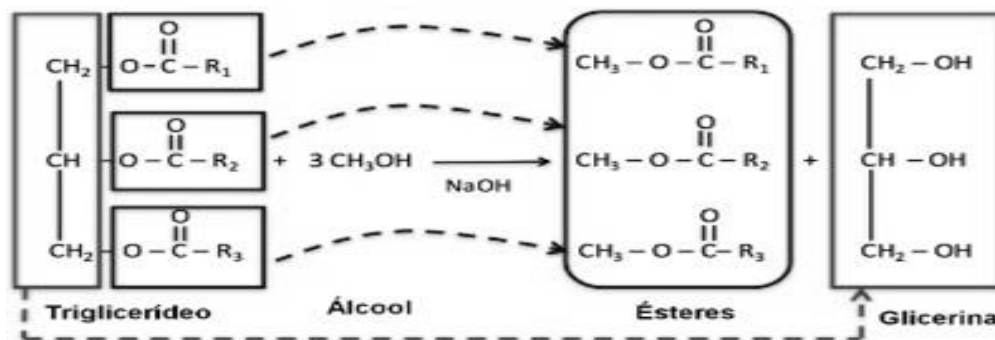
Quimicamente falando, a reação de transesterificação ocorre através da interação entre os triglicerídeos (denominação de tri-ésteres) com o álcool, na presença de catalisador, formando moléculas menores, denominadas de ácido graxo, estas compõem o biodiesel. Os óleos vegetais, por exemplo o óleo de soja (Figura 4), tem em sua composição química a presença de três ésteres, assim para ocorrer a reação de transesterificação é preciso de três moléculas de álcool, ver Figura 5.

Figura 4 – Ilustração da molécula de triglicerídeos onde R_1 , R_2 e R_3 representam as cadeias carbônicas dos ácidos graxos



Fonte: Autor, 2020.

Figura 5 - Ilustração da reação de transesterificação onde R_1 , R_2 e R_3 representam as cadeias carbônicas dos ácidos graxos e R_4 é a cadeia carbônica do álcool



Fonte: GERIS et al., 2007.

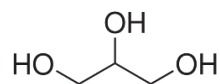
Os álcoois de cadeia curta, destacam-se na reação de transesterificação, por exemplo, o metanol e etanol. O metanol, por ser mais reativo, implica em menor temperatura e tempo de reação, já o etanol apresenta menor toxicidade, é renovável e produz biodiesel com maior número de cetano ($\text{C}_{16}\text{H}_{34}$) e lubrificidade (LÔBO et al., 2009).

Na Figura 5 pode-se ver que os produtos formados são misturas de ésteres, que compõe o biodiesel, além do glicerol conhecido também como glicerina. Para cada 3 mols de ésteres metílicos ou etílico é gerado 1 mol de glicerol (ZHOU et al., 2008). Estes, quando purificado,

alcançam valor de mercado superior ao do biodiesel devido às aplicações nos setores químico e farmacêutico.

O glicerol é um tri-álcool, sua nomenclatura oficial, segundo a IUPAC, é 1,2,3-propanotriol, ver Figura 6. O glicerol apresenta características como gosto adocicado, sem cheiro e viscoso. Seu nome é derivado da palavra grega “*glykys*”, que significa “doce” (PAGLIARO E ROSSI, 2008).

Figura 6 – Ilustração da estrutura química do glicerol

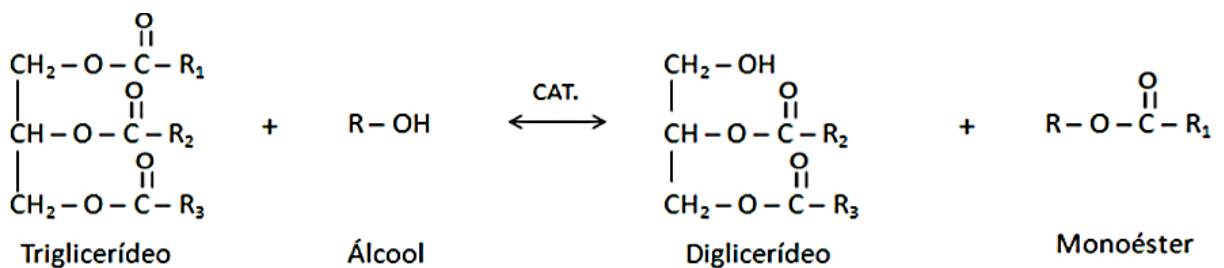


Fonte: Autor, 2020.

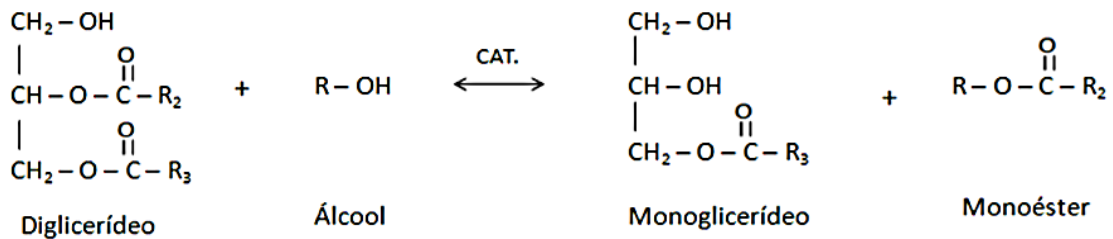
A reação de transesterificação ocorre através de um processo que se divide em três etapas reversíveis, estas etapas produzem dois intermediários de reação: os monoglicerídeos e os diglicerídeos, ver Figura 7 (PAGLIARO E ROSSI, 2008).

Figura 7 – Reação de transesterificação em etapas, onde R1, R2 e R3 representam as cadeias carbônicas dos ácidos graxos e R a cadeia carbônica do álcool reagente

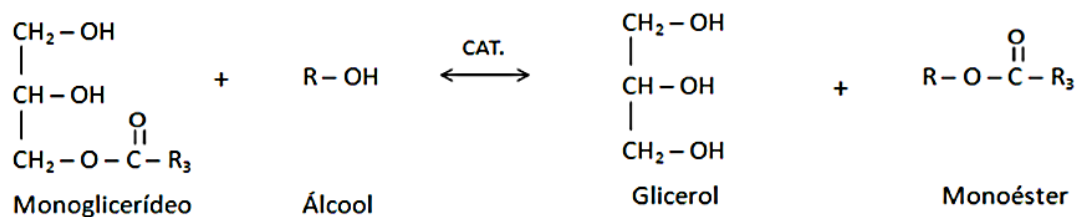
Primeira etapa: formação do diglicerídeo



Segunda etapa: formação do monoglicerídeo



Terceira etapa: formação do glicerol



Fonte: PEITER, 2017.

Por fim, após a reação de transesterificação, o produto principal não se encontra totalmente puro, algumas etapas são realizadas fazendo com que aumente a pureza do produto principal. São elas: decantação, que é uma separação entre a glicerina e o biodiesel; a lavagem é realizada para retirar excesso de álcool, catalisador, glicerina e sais de ácidos graxos; e secagem, é realizada para a retirada de qualquer resíduo de água que tenha ficado devido a lavagem (LOPES, 2008).

3.2.3 Catálise Heterogênea

O termo catálise é usado para descrever processos que são ativados por substâncias químicas, dando origem a transformações químicas sem serem consumidas no decorrer da reação (FIGUEIREDO, 2007). Já catalisador é compreendido como a substância que acelera uma reação química sem que seja consumido ao final da reação, ou seja, ele interage com o sistema diminuindo assim a energia de ativação da rota, desta forma, a reação catalítica torna-se mais rápida que a não catalisada (ORO; SOLA, 2000).

Dentre os tipos de catálise, encontramos: 1) catálise homogênea, onde não há mudança de fase entre reagentes e catalisador, o que faz com que haja uma melhor interação entre eles, o que nos leva a um melhor rendimento da reação. Além disso, permite um controle maior das transformações químicas em melhores condições; 2) catálise heterogênea, catálise que faz com que catalisador e reagente se encontrem em fases distintas, onde em uma delas é encontrado o

catalisador e na outra o reagente. É possível que seja de eficiente separação entre o produto formado e o catalisador, pois o catalisador faz com que reagentes e produtos, por meio de interações covalentes ou adsorção, sejam encontrados nas fases líquida ou gasosa e 3) catálise enzimática, uma alternativa aos métodos descritos anteriormente, pelo fato das enzimas serem naturais e biodegradáveis, pois são encontradas em organismos vivos (DIAS; FERREIRA; CUNHA, 2012).

A catálise heterogênea tem sua importância na fabricação de combustíveis e produtos químicos utilizados em grande escala e em processos de redução dos índices de poluição. É de grande interesse desenvolver a catálise heterogênea, pois ela estabelece os processos químicos mais adequados em relação ao desenvolvimento sustentável (SCHMAL, 2011).

Além de outras vantagens da utilização de catalisadores heterogêneos temos a facilidade de separação entre o sólido e os produtos obtidos, e reagentes não convertidos após a conclusão da reação. Essa vantagem é vista como uma viabilidade econômica, já que industrialmente pode-se trabalhar com reuso de catalisadores nos processos catalíticos (CORDEIRO et al.; 2011).

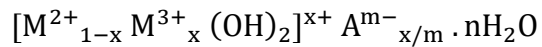
O biodiesel ainda é em grande parte produzido por catálise alcalina em meio homogêneo, utilizando alcóxidos metálicos como catalisadores e variando-se o tipo de óleo vegetal. Entretanto, a síntese do biodiesel também pode ser realizada por catálise heterogênea, tal estratégia oferece vantagens técnicas e ambientais em relação à catálise homogênea, pois facilita a purificação do produto (biodiesel), além de permitir a reciclagem do catalisador sólido (CORDEIRO et al.; 2011).

Dentre tantos catalisadores heterogêneos destacados na literatura, iremos ressaltar o HDL, um catalisador heterogêneo alcalino que será utilizado na reação de transesterificação deste trabalho.

3.2.4 Hidróxidos Duplos Lamelares

O HDL, nos últimos anos, tem sido bastante utilizado, refere-se a características estruturais, onde, destaca-se a presença de dois cátions metálicos na lamela destes compostos. Na literatura é encontrado também no termo *compostos do tipo hidrotalcita*, que vem do inglês *hydrotalcite-like compounds*. Sendo a hidrotalcita uma argila aniônica natural, onde encontra-se lamelas de hidróxido duplo de magnésio e alumínio que contêm ânions carbonato intercalados. O HDL, por ser considerado relativamente de baixo custo, com controle de

tamanho e uniformidade na distribuição de tamanho das partículas, pode ser sintetizado em laboratórios, visto que não são encontrados tão facilmente na natureza. Podemos ver a representação destes compostos na seguinte expressão (CREPALDI; VALIM, 1997):



Onde: M^{2+} representa um cátion metálico divalente

M^{3+} representa um cátion metálico trivalente

A^{m-} representa um ânion intercalado com carga $m -$

Na composição dos HDL têm-se diferentes estruturas e propriedades destes materiais, o que permite que seja aplicado em diferentes segmentos, onde pode-se destacar a catálise heterogênea.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Esta seção apresenta a metodologia de caracterização do biodiesel etílico de soja. As reações de transesterificação foram realizadas variando a razão óleo/álcool (etanol), concentração de catalisador e o tempo de reação.

Os experimentos foram realizados no Laboratório de Sistemas de Separação e Otimização de Processos (LASSOP) - Centro de Tecnologia (CTEC) - Universidade Federal de Alagoas (UFAL), além de parcerias necessárias com outros laboratórios da mesma universidade.

4.1 Materiais e reagentes

A reação de transesterificação foi realizada com óleo de soja. Os produtos químicos necessários para a produção e caracterização de biodiesel estão descritos na Tabela 2.

Tabela 2. Tabela dos materiais e reagentes utilizados

Reagente	Fabricante	Pureza
Óleo de soja	Soya	-
Álcool etílico P.A.	Synth	99,8%
Hexano P. A.	Synth	98,5%
Trioctanoato de glicerol	-	-
HDL	-	-

Fonte: AUTOR, 2020.

4.2 Síntese do biodiesel

A transesterificação do óleo de soja foi realizada em um processo em batelada em um béquer de 500 mL usando um agitador magnético e placa de aquecimento. O processo foi realizado misturando a quantidade desejada de catalisador com a quantidade requerida de etanol. Em seguida, o óleo foi adicionado à mistura contendo o catalisador e o etanol. A quantidade de catalisador a ser medida dependia do óleo. Houve dois tempos de reação: 40 e 60 minutos. Em ambos os casos, após esse tempo, a mistura foi transferida para um tubo de fálcon, com o objetivo de levá-lo para a centrífuga para obter a separação do produto. As reações de transesterificação foram realizadas variando a razão óleo/álcool, concentração de catalisador e o tempo de reação. Em todos os experimentos a temperatura manteve-se constante em 50 °C. O biodiesel produzido foi caracterizado por cromatografia gasosa, calculando o rendimento e conversão.

Figura 8 - Imagem do produto após a centrifugação.



4.3 Caracterizações

4.3.1 Cromatografia gasosa

A determinação do rendimento foi feita via cromatografia gasosa utilizando o cromatógrafo SHIMADZU modelo CG-Plus, ver Figura 9, com detector de ionização em chama e uma coluna de 2,2 m com temperatura do injetor de 250 °C, temperatura do detector de 340 °C, temperatura da coluna de 50 °C, pressão na coluna de 6 kPa. Os gases de arraste utilizados foram hidrogênio, nitrogênio e ar sintético.

O padrão interno utilizado foi a trioctanoato de glicerina (tricaprilina), na concentração de 0,8 g/10 mL de hexano. As amostras de biodiesel tiveram massa aproximada de 0,15 g e foram diluídas em 1 mL da solução de padrão (tricaprilina e hexano), sendo injetada no equipamento no cromatógrafo 1 µL de cada amostra.

Figura 9 - Imagem do cromatógrafo SHIMADZU modelo CG-Plus



4.3.2 Rendimento

O rendimento dos ésteres foi calculado com a Equação 1.

$$\text{Rendimento (\%)} = \frac{m_{\text{tricapilina}} \times A_s \times f \times 100}{A_{\text{tricapilina}} \times m_a} \quad (\text{Equação 1})$$

$m_{\text{tricapilina}}$ é a massa do padrão interno;

A_s é a soma das áreas dos picos referentes aos ésteres contidos na amostra;

f é o fator de resposta;

$A_{\text{tricapilina}}$ é a área do pico referente ao padrão interno;

m_a é a massa da amostra.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Feitas todas as reações, se fez necessário a execução das etapas de separação e da análise do biodiesel. O produto foi levado para centrifugação e, posteriormente, o produto principal foi analisado em cromatografia. Na Figura 8 temos reações em diversas condições. Nela podemos observar que após a etapa de centrifugação foram obtidas três fases: catalisador (parte inferior), glicerina (meio) e biodiesel (parte superior).

Os rendimentos obtidos através de análises cromatográficas ao final das reações podem ser influenciados pelo alto índice de ácidos graxos contidos no óleo de soja.

Com os dados da cromatografia, montou-se a Tabela 4 que mostra os rendimentos do biodiesel produzido com as diversas condições pré-estabelecidas.

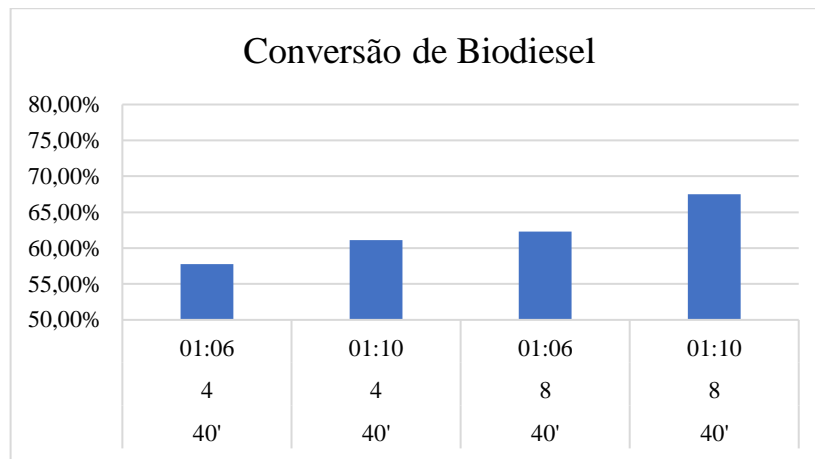
Tabela 6 - Rendimento do biodiesel produzido através de diversas condições

Tempo (min)	Catalisador (%)	Proporção	Rendimento (%)
40	4	1:6	57,82
40	4	1:10	61,14
40	8	1:6	62,33
40	8	1:10	67,59
60	4	1:6	59,85
60	4	1:10	61,64
60	8	1:6	68,91
60	8	1:10	71,76

Para a produção do biodiesel, a atividade catalítica do catalisador utilizado neste trabalho está relacionada com a área superficial, volume e tamanho de poro, concentração de sítios ativos etc. Além disso, os compostos que produzem esses sítios é um fator de suma importância para o desempenho do catalisador, o que contribui, de certa forma, para a conversão da catálise heterogênea. (COSTA, 2011)

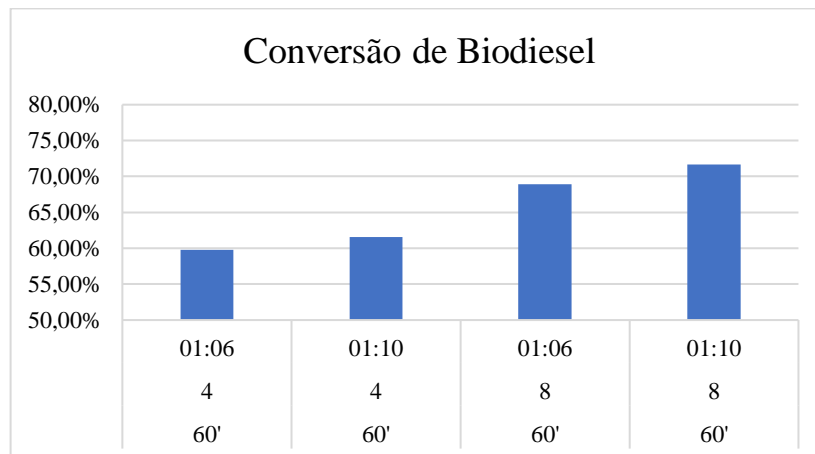
Com os dados da Tabela 4, conseguimos plotar gráficos comparativos para análise de tais conversões, a fim de obter os melhores parâmetros para produção de biodiesel. A seguir, temos o Gráfico 1, que mostra alguns parâmetros modificados, mantendo constante a temperatura de 50°C com 40 minutos de reação.

Gráfico 1 - Conversão de biodiesel a 50°C e 40 minutos de reação modificando massa de catalisador e razão molar óleo-álcool.



No Gráfico 2, viu-se a variação desses parâmetros, agora com 60 minutos de reação.

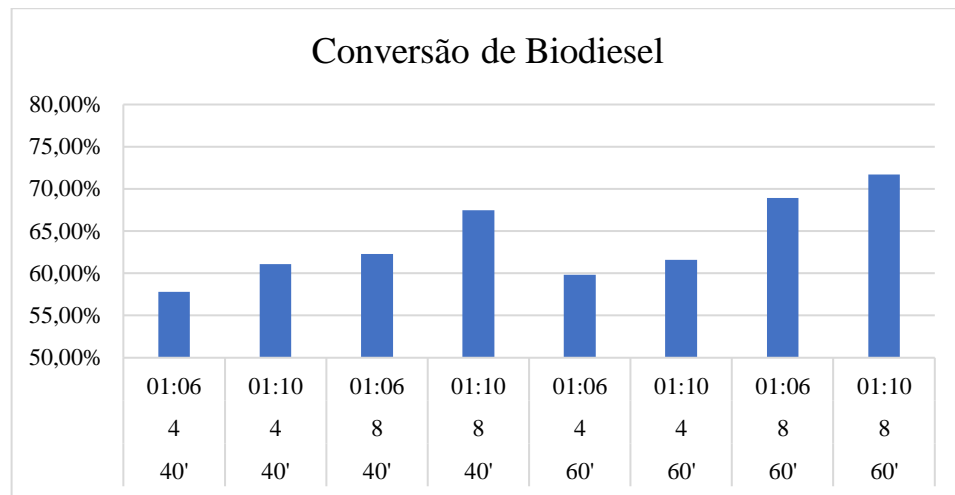
Gráfico 2 - Conversão de biodiesel a 50°C e 60 minutos de reação modificando massa de catalisador e razão molar óleo-álcool.



Observou-se nos gráficos 1 e 2 que, quando fixadas os tempos de reação em 40 e 60 minutos, sempre com temperatura de 50°C e variando os outros parâmetros, houve um crescimento quando aumentado o volume de álcool e a massa de catalisador, o que nos mostra uma grande influência do catalisador e do etanol na reação.

A seguir, tem-se o Gráfico 3, que é a junção dos gráficos 1 e 2, onde está todas as variações feitas neste trabalho, para que se possa fazer uma melhor comparação entre as condições exigidas e conseguirmos determinar qual melhor conjunto de parâmetro para a produção do biodiesel.

Gráfico 3 - Conversão de biodiesel variando tempo de reação, massa de catalisador e razão molar óleo-álcool.



Constatou-se que a melhor condição na produção de tal biodiesel é com massa de catalisador 8% e razão molar óleo:álcool de 1:10.

6 CONCLUSÃO

O estudo mostrou que as condições utilizadas são significativas na reação de transesterificação para produção de biodiesel. Observou-se que entre tais condições sob avaliação, a que rendeu um melhor biodiesel foi a razão molar óleo: álcool de 1:10 e massa de catalisador de 8% da massa de óleo, o que, de fato, nos mostra total coerência, uma vez que pelo princípio de *Le Chatelier*, quanto maior a concentração de reagentes, maior será a conversão em produtos. Por isso aumentou-se o rendimento do biodiesel e, portanto, conseguimos obter êxito em nossos experimentos, visto que o objetivo era obter rendimentos superiores a 50%. Nas condições avaliadas, os resultados foram além do esperado.

O estudo foi de grande importância para a pesquisa e aprendizado, pois percebemos o quão importante é a variação de alguns parâmetros na conversão do biodiesel produzido por transesterificação, além da facilidade na separação do catalisador, pois ele é heterogêneo.

REFERÊNCIAS

- BARROS, A. A. C.; WUST, E.; MEIER, H. F. Estudo da viabilidade técnico-científica da produção de biodiesel a partir de resíduos gordurosos. *Engenharia Sanitária e Ambiental*, v. 13, p. 255-262, 2008.
- COLOMBO, K.; BARROS, A. A. C. Utilização de catalisadores heterogêneos na produção de biodiesel. *Evidência, Joaçaba* v. 9 n. 1-2, p. 7-16, 2009
- CORDEIRO, C. S.; DA SILVA, F. R.; WYPYCH, F.; RAMOS, L. P. Catalisadores heterogêneos para a produção de monoésteres graxos (biodiesel). *Quim. Nova*, Vol. 34, No. 3, 477-486, 2011.
- CREPALDI, E. L.; VALIM, J. B. Hidróxidos duplos lamelares: síntese, estrutura, propriedades e aplicações. *química nova*, 21(3), 1998.
- DIAS, F. R. F.; FERREIRA, V. F.; CUNHA, A. C. Uma Visão Geral dos Diferentes Tipos de Catálise em Síntese Orgânica. *Rev. Virtual Quim*, V.4 n. 6, p. 840-871, 2012.
- FIGUEIREDO, J. L.; RIBEIRO, F. R. *Catalise Heterogênea*. 2 ed. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 2007.
- FONTANA, J. D. *Biodiesel: para leitores de 9 a 90 anos*. Curitiba: Ed. UFPR, 2011.
- KNOTHE, G.; GERPEN, J. V.; KRAHL, J.; RAMOS, L. P. *Manual de Biodiesel*. São Paulo: Edgard Blücher, 2006.
- KNOTHE, G.; GERPEN, J. V.; KRAHL, J. *The Biodiesel Handbook*, AOCS Press: Champaign, Illinois, cap. 2 e 4, 2005.
- LÔBO, I. P.; FERREIRA, S. L. C.; CRUZ, R. S. Biodiesel: Parâmetros de qualidade e métodos analíticos. *Química Nova*, v. 32, n. 6, p. 1596-1608, 2009.
- LOPES, A. C. O. *Estudo das Variáveis de Processo na Produção e na Purificação do Biodiesel de Soja Via Rota Etílica*. 2008. 57f. Dissertação (Mestrado em engenharia química) - Centro de Tecnologia, Universidade Federal de alagoas, Maceió, Alagoas, 2008.

MANDARINO, J. M. G.; ROESSING, A. C. Tecnologia para produção de óleo de soja: descrição das etapas, equipamentos, produtos e subprodutos. Embrapa soja, ISSN 1516 – 781X, 2001.

MENEZES, J. et al. Layered double hydroxides (LDHs) as carrier of antimony animed for improving leishmaniasis chemotherapy. *Applied Clay Science*, v. 91-92, p. 127-134, 2014.

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO. Biodiesel. Secretaria de educação profissional e tecnológica. Brasília, 2006.

MME (Ministério das Minas e Energia). Governo Federal Autoriza Uso Comercial do Biodiesel. Disponível em: < <http://www.abic.com.br/> >. Dezembro de 2004. Acesso em: jan de 2019.

ORO, L. A.; Sola, E. *Fundamentos y Aplicaciones de la Catálisis Homogénea*, 1ª ed; Zaragoza; p. 208, 2008.

PAGLIARO, M.; ROSSI, M. *The Future of Glycerol: New Usages for a Versatile Raw Material*. RSC green chemistry series, 2008.

PEITER, A. S. Estudo experimental, simulação e modelagem do efeito de agitação e mistura no processo da produção de biodiesel de soja (*Glycine Max*) metílico e etílico. 2017. 117 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química). Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Federal da Paraíba, Campina Grande, Paraíba, 2017.

PINTO, A. C.; GUARIEIRO, L. L. N.; REZENDE, M. J. C.; RIBEIRO, N. M.; TORRES, E. A.; LOPES, W. A.; PEREIRA, P. A. P.; DE ANDRADE, J. B.; *J. Braz. Chem. Soc.*, 16, 1313, 2005.

QUESSADA, T. P.; GUEDES, C. L. B.; BORSATO, D.; GAZZONI, B. F.; GALÃO, O. F. Obtenção de biodiesel a partir de óleo de soja e milho utilizando catalisadores básicos e catalisador ácido. *ENCICLOPÉDIA BIOSFERA*, Centro Científico Conhecer - Goiânia, v. 6, n.11; 2010

SCHMAL, M. *Catálise Heterogênea*. 1ª Edição. Rio de Janeiro: Synergia, 2011.

ZHOU, C. H. et al. Chemoselective catalytic conversion of glycerol as a biorenewable source to valuable commodity chemicals. *Chemical Society Reviews*, v. 37, p. 527-549, 2008.



TERMO DE AUTORIZAÇÃO PARA DISPONIBILIDADE DE DISSERTAÇÃO, TESE, TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO, ESPECIALIZAÇÃO OU MEMORIAL ACADÊMICO NO REPOSITÓRIO INSTITUCIONAL DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS (RIUFAL)

Na qualidade de titular dos direitos de autor da publicação, autorizo ao Repositório Institucional da Universidade Federal de Alagoas (RIUFAL) a disponibilizar, através do site <http://www.repositorio.ufal.br>, sem ressarcimento dos direitos autorais, de acordo com a Lei m. 9610/98, o texto integral da obra abaixo citada, conforme permissões assinaladas, para fins de leitura, impressão e/ou download, a título de divulgação da produção de científica brasileira, a partir desta data.

1 Identificação do material bibliográfico

	Dissertação + Produto Educacional
	Dissertação
	Tese
X	Trabalho de Conclusão de Curso
	Especializações
	Memorial Acadêmico

2 Identificação da Dissertação, Tese, TCC, Especialização ou Memorial Acadêmico

Autor:	Bruno Felipe Bernardo de Lima		
Lattes	http://lattes.cnpq.br/5978947592778801		
Lattes Atualizado:	X	Sim	Não
Orientador(a):	Amanda Santana Peiter		
Coorientador(a):			

Membros da Banca:

1º Membro	João Inácio Soletti
2º Membro	Hugo Valença
3º Membro	
4º Membro	
5º Membro	

Data da Defesa:	19/05/2020
Titulação: Doutor / Mestre em:	

Título da Dissertação, Tese, TCC, Especialização ou Memorial Acadêmico no idioma original:

Síntese de biodiesel a partir da reação de transesterificação de óleo de soja etílico catalisado por hidróxidos duplos lamelares (HDL)



Palavras-chave no idioma original:

Biodiesel, hidróxido duplo lamelar, transesterificação

Título da Dissertação, Tese, TCC, Especialização ou Memorial Acadêmico em outro idioma (especifique):

Synthesis of biodiesel from the transesterification reaction of ethyl soy oil catalyzed by double lamellar hydroxides (HDL)

Palavras-chave em outro idioma (especifique):

Biodiesel, double lamellar hydroxide, transesterification

Programa de Defesa:

Área de conhecimento - CNPq:

3 Agência de Fomento:

4 Informação de acesso ao documento

Liberação para publicação	X	Total		Parcial
---------------------------	---	-------	--	---------

Em caso de liberação parcial, especifique os arquivos restritos:

A restrição (parcial ou total) poderá ser mantida por até um ano a partir da data de autorização da publicação. A extensão deste prazo requer justificativa junto ao RIUFAL. O resumo e os metadados (elementos referenciais) ficarão sempre disponibilizados.



UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS
REPOSITÓRIO INSTITUCIONAL
BIBLIOTECA CENTRAL



5 Endereço do Autor para contato:

Logradouro:	Rua Dona Lourdes Breda	
Nº: 37	Compl.: Conj. Osman Loureiro, Qd B2	CEP: 57071-490
Cidade: Maceió	Estado: AL	
Tel.(s): (82) 98849-9971		
E-mail: brunobernardo91@gmail.com		
Data: 03/07/2020		

Bruno Felipe Bernardino de Sá

Assinatura do Autor

RIUFAL
Repositório Institucional da Ufal

Repositório Institucional da Universidade Federal de Alagoas – RIUFAL
Universidade Federal de Alagoas - UFAL
Contato - URL: <http://www.repositorio.ufal.br> – Email: ri@sibi.ufal.br
Av. Lourival Melo Mota, S/N - Tabuleiro, dos Martins Maceió - AL, 57.072-900