

## Efeito da Temperatura na Reação de Esterificação do Ácido Oléico Utilizando Pentóxido de Nióbio como Catalisador

Sayonara K. Peterle (IC), Valdemar Lacerda Jr.\* (PQ), Reginaldo B. dos Santos (PQ), Sandro J. Greco (PQ) e Eustáquio V. R. de Castro (PQ) \*E-mail: vljunior@cce.ufes.br

Laboratório de Pesquisas em Química Orgânica, Departamento de Química-CCE/UFES, Vitória - ES.

Palavras Chave: temperatura, esterificação, ácido oléico.

### Introdução

Por questões econômicas e ambientais, ésteres de ácidos graxos começaram a se destacar como uma fonte alternativa de energia renovável, sendo obtidos principalmente pelo processo de transesterificação de triacilglicerídeos, presentes em diversas plantas oleaginosas.

Uma outra rota que vem se destacando, porém ainda pouco utilizada, é a esterificação de ácidos graxos livres na presença de um catalisador, que além de possibilitar a reutilização de rejeitos como óleo de fritura, é um tipo de produção de biodiesel menos agressivo ao meio ambiente que o convencional.

O objetivo geral deste trabalho é desenvolver um modelo reacional eficiente para aplicá-lo em reações de transesterificação, estudando inicialmente o efeito da temperatura na esterificação do ácido oléico utilizando pentóxido de nióbio, como potencial catalisador,<sup>1</sup> que além de alto caráter ácido e disponibilidade, é matéria prima abundante e essencialmente nacional.<sup>2</sup>

### Resultados e Discussão

O ácido oléico foi submetido a reações de esterificação com metanol utilizando  $Nb_2O_5 \cdot xH_2O$  calcinado a 115°C por 3 horas como catalisador. Para tanto, foi utilizada uma proporção em massa de 20% do pentóxido de nióbio e 10:1 de metanol, ambos em relação ao ácido oléico. A eficiência do sistema foi avaliada à temperatura ambiente, a 65, 100 e a 150°C em condições de refluxo. Devido à baixa temperatura de ebulição do metanol, nos testes à 100 e 150°C foi necessário a utilização de solventes auxiliares no sistema de refluxo, sendo estes o tolueno e etileno glicol, respectivamente.

O acompanhamento qualitativo da evolução reacional foi feito através do método de cromatografia em camada delgada (placa de sílica gel), utilizando como eluente uma mistura de hexano:éter etílico (9:1). Os produtos foram confirmados pelas análises dos espectros de RMN de  $^1H$ , de  $^{13}C$  e IV.

Os testes iniciais realizados à temperatura ambiente e a 65°C indicaram que não houve formação de oleato de metila, mesmo após 48 horas de reação.

O aumento da agitação molecular propicia uma maior quantidade de moléculas com energia superior à energia de ativação. Desta forma, observou-se que nos testes realizados a

temperaturas críticas o produto esperado começou a ser formado, sendo que não houve conversão total dentro de 48 horas (Tabela 1).

**Tabela 1.** Condições para reações de esterificação do ácido oléico com metanol (1:10) na presença de  $Nb_2O_5 \cdot xH_2O$  (20% em massa) como catalisador.

Experimento*	Temperatura (°C)	Solvente	Conversão
1	25	-	Negativo
2	65	-	Negativo
3	100	Tolueno	Positivo
4	150	Etileno Glicol	Positivo

\* Tempo reacional de 48 horas.

A reação a 150°C, apesar de levar a formação do oleato de metila, apresentou também a formação, em maior proporção, de um outro éster, derivado do ataque do etileno glicol ao ácido oléico.

Muitos estudos sobre o  $Nb_2O_5 \cdot xH_2O$ <sup>1,3,4</sup> indicam, que esse composto apresenta modificações estruturais ao receber um pré-tratamento térmico, aumentando seu poder catalítico. Nesse sentido, encontra-se em desenvolvimento uma sistemática de temperatura de calcinação e porcentagem do catalisador utilizada na reação, assim como a quantificação do produto por espectroscopia de infravermelho.

### Conclusões

Os resultados obtidos indicam que o aumento da temperatura do meio reacional favorece a conversão do ácido oléico em oleato de metila, sendo que o resultado mais significativo foi na condição utilizando a temperatura de 100°C sob refluxo com tolueno. Neste caso foi observado uma maior proporção do éster metílico em relação ao material de partida pela análise de CCD e a ausência de subprodutos.

### Agradecimentos

FAPES/FUNCITEC, FACITEC, CBMM, LabPetro-DQUI/UFES, PPGQUI-UFES, Prof. Dr. Alviclér Magalhães (IQ-UNICAMP) e Prof. Dr. Gil Valdo José da Silva (FFCLRP-USP) pelos espectros de RMN.

1- Nowak, I.; Ziolk, M. *Chem. Rev.* **1999**, *99*, 3603-3624

2- Saire, M. I., Bronze-Uhle, E. S.; Donate, P. M. *Tetrahedron Letters* **2005**, *46*, 2705.

3- Iizuka, T.; Ogasawara, K.; Tanabe, K. *Catal. Today* **1993**, *16*, 379.

4- Tanabe, Kozo. *Catal. Today* **2003**, *78*, 65