

Avaliação do efeito do pré-tratamento térmico do $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ usado como catalisador na esterificação de um ácido graxo

Deborah A. dos Santos¹ (IC), Valdemar Lacerda Jr.^{1,2*} (PQ), Reginaldo B. dos Santos^{1,2} (PQ), Sandro J. Greco¹ (PQ), Eustáquio V. R. de Castro² (PQ), Artur R. Machado (IC)¹ e Renzo C. Silva² (PQ).

*E-mail: vljuniorqui@gmail.com

¹Laboratório de Pesquisas em Química Orgânica, ²LabPetro, Departamento de Química-CCE/UFES, Av. Fernando Ferrari, 514, Goiabeiras, CEP 29075-910, Vitória, ES.

Palavras Chave: catálise heterogênea, esterificação, pentóxido de nióbio.

Introdução

Fatores ambientais e econômicos mostram como tendência a substituição de combustíveis fósseis por renováveis, como os de origem vegetal.

O biodiesel pode ser obtido de óleos vegetais ou gorduras animais, através de reações de transesterificação ou esterificação, com etanol ou metanol, na presença de um catalisador ácido ou básico.

O uso de catalisadores sólidos ácidos na produção de biodiesel apresenta uma série de vantagens, como a facilidade de separação do catalisador do meio e a diminuição de resíduos e de custos.¹

O pentóxido de nióbio hidratado possui elevada acidez, que aumenta com a calcinação a temperaturas moderadas (100-300 °C). Sua atividade diminui com o tratamento a temperaturas superiores a 500 °C.^{2,3}

Estudos recentes realizados por nosso grupo⁴ mostraram que o aumento da temperatura favorece a esterificação de ácidos graxos catalisada pelo $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot x\text{H}_2\text{O}$. Também verificamos que a utilização de etileno glicol como solvente auxiliar gera como subproduto o éster derivado do etileno glicol.

Propõe-se neste trabalho avaliar a utilização de um solvente de alto ponto de ebulição (Ex: DMSO, p.e. 190 °C) que aumente o ponto de ebulição da mistura reacional, e não interaja com os materiais de partida da reação, como também estudar a atividade do pentóxido de nióbio hidratado, calcinado a diferentes temperaturas, como catalisador em reações de esterificação de um ácido graxo.

Resultados e Discussão

As reações de esterificação foram realizadas com ácido oléico (0,2 g), metanol (0,7 g), DMSO (2,5 ml) como solvente para aumentar o ponto de ebulição da mistura e o pentóxido de nióbio hidratado nas condições e proporções mostradas na Tabela 1.

Temperaturas elevadas favorecem o processo de esterificação, por isso todas as reações foram efetuadas sob aquecimento a cerca de 170 °C, em sistema de refluxo por 48 horas. Também foi feita uma reação sem a presença do catalisador nas mesmas condições descritas (teste branco), neste caso a taxa de conversão foi de 22%.

A caracterização dos produtos obtidos se deu através de análises de espectroscopia na região do infravermelho. Os espectros dos produtos foram

comparados com espectros do ácido oléico utilizado como material de partida e de uma amostra do éster metílico correspondente.

Tabela 1. Condições de pré-tratamento térmico e proporção em massa do catalisador.

Proporção Ác. oléico:catalisador	Temperatura de calcinação (°C)/ tempo(horas)	Taxa de conversão (%)
5:1	115 °C/ 3 hs	35
1:1		63
5:1	300 °C/ 3 hs	45
1:1		57
5:1	500 °C/ 3 hs	13
1:1		49
5:1	-	8
1:1		33

Para quantificar as taxas de conversão, os dados de estiramento $\text{C}=\text{O}$ da carbonila do ácido, que apresentaram uma ligeira diferença da região de absorção da carbonila do éster, foram plotados em uma curva de predição por PLS previamente construída para essas condições⁵.

Conclusões

Os resultados mostram que, como descrito na literatura, a calcinação do catalisador a temperaturas entre 100 °C e 300 °C e o aumento da proporção do catalisador estão ligados diretamente ao aumento das taxas de conversão. Também foi observado que tanto o catalisador sem pré-tratamento como o calcinado a 500 °C, ambos na proporção de 5:1, apresentaram conversões inferiores à do teste branco.

Agradecimentos

Os pesquisadores agradecem à CBMM, FACITEC, FAPES/FUNCITEC e LabPetro-DQUI/UFES.

¹ Reis, M.; Gil, R. A. S. S.; Lachter, E. R. *Anais do 14º Congresso Brasileiro de Catálise*, **2007**, 1, 1-6.

² Nowak, I.; Ziolk, M. *Chem. Rev.* **1999**, 99, 3603-3624.

³ Tanabe, K. *Catal. Today*, **2003**, 78, 104, 65.

⁴ Lacerda Jr., V.; Petele, S. K.; dos Santos, R. B.; Greco, S. J.; de Castro, E. V. R. 32ª. *RASBQ, Resumos*, QT 027, **2009**.

⁵ Lacerda Jr., V.; Peterle, S. K.; Silva, R. C.; Carneiro, G. F.; dos Santos, R. B.; Greco, S. J.; de Castro, E. V. R., 13ª *BMOB, Resumos*, B 063, **2009**.