

Estudo da influência do pré-tratamento térmico do $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ como catalisador na transesterificação do óleo de soja.

Deborah A. dos Santos (IC)*¹, Valdemar Lacerda Jr. (PQ)^{1,2}, Reginaldo B. dos Santos (PQ)^{1,2}, Sandro J. Greco (PQ)¹, Eustáquio V. R. de Castro (PQ)².

*E-mail: deborah.araujo89@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: Biodiesel, Transesterificação, Ácido níobico.

Introdução

O biodiesel é um combustível de origem renovável que pode ser produzido por meio de diversos processos, nos quais o principal é a transesterificação de triglicerídeos com alcoóis de baixo peso molecular, catalisada por sítios ácidos ou básicos.¹

A catálise heterogênea na produção de biodiesel quando comparada aos análogos homogêneos proporcionam produtos mais puros e possibilitam o reuso do catalisador.¹

O $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ é conhecido por sua forte acidez superficial mesmo na presença de água. É reportado na literatura² que essa acidez aumenta com o tratamento do óxido a temperaturas entre 100-300 °C e diminui a temperaturas superiores a 500 °C, devido à perda das moléculas de água na superfície. Neste trabalho descrevemos a aplicação de uma metodologia de preparação de biodiesel metílico – previamente desenvolvida para a esterificação do ácido oléico³ – através da transesterificação do óleo de soja testando a influência da calcinação do $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ utilizado como catalisador.

Resultados e Discussão

As reações de transesterificação foram realizadas em um balão de fundo redondo com óleo de soja (0,5 g), metanol em excesso (0,85 g), DMSO (2,5 ml) como solvente auxiliar para aumentar o ponto de ebulição da mistura, e o $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ como catalisador nas quantidades de 0,1 ou 0,5 g e temperaturas de calcinação de 115, 300 ou 500 °C por 3 horas. Também foi realizada a reação sem calcinação do catalisador.

As reações ocorreram por 48 horas a 170 °C, em refluxo, sob agitação constante. Nas mesmas condições foi realizado o teste em branco através de uma reação sem o catalisador.

Os produtos isolados foram analisados por espectroscopia de RMN de ¹H e a quantificação foi determinada pela relação entre as áreas de integração do sinal característico do éster metílico, singleto (átomos de ¹H da metoxila em 3,67 ppm) e do óleo vegetal, duplo dubleto (átomos de ¹H metilênicos da

parte glicéridica do triglicerídeo, sinais em torno de 4,22 a 4,05 ppm).

O teste do branco não apresentou nenhuma conversão, evidenciando que não houve o processo de autocatálise. A reação realizada sem o pré-tratamento térmico do catalisador forneceu excelentes resultados com 100% de conversão pelo espectro de RMN de ¹H em ambas as concentrações utilizadas. As reações onde se utilizou o catalisador calcinado, independente da temperatura de calcinação utilizada forneceram conversões inferiores àquelas obtidas sem a calcinação do catalisador. A partir dos resultados obtidos, pode-se observar que a calcinação do ácido níobico não provocou aumento de sua acidez como era esperado pelos dados da literatura.² Novos experimentos encontram-se em andamento no sentido de validar estes resultados.

Conclusões

Os resultados aqui apresentados evidenciam que o uso da catálise heterogênea com $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ em reações de transesterificação fornece bons resultados, com boas taxas de conversões e tempos reacionais não tão elevados. Também se pode notar que a temperatura de calcinação não provocou aumento de sua acidez com respectivo aumento da conversão para as temperaturas de 115 e 300 °C. Já para temperaturas mais elevadas acima de 500 °C, como esperado, ocorreu uma diminuição da conversão da reação. Frente aos resultados anômalos os autores sugerem que as reações e as análises sejam repetidas, já que os resultados obtidos não confirmaram o que é reportado⁴ em relação ao aumento da acidez de Brønsted/Lewis do ácido níobico calcinado a temperaturas moderadas.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao LabPetro-DQUI/UFES, CBMM, FAPES-FUNCITEC, PRPPG-UFES e FACITEC.

¹ Soldi, R.; Oliveira, A.; Ramos, L. e César-Oliveira M. A. *Appl Catal. A: Gen.* **2009**, *361*, 42-48.

² Nowak, I.; Ziolk, M.; *Chem. Rev.* **1999**, 3606-3624.

³ Lacerda Jr., V.; dos Santos, D. A.; dos Santos, R. B.; Greco, S. J.; de Castro, E. V. R.; *33ª RASBQ, Resumos*, TEC 030, **2010**.

⁴ Brandão, R. F., et al.; *J. Braz. Chem. Soc.*, **2009**, *20*, 954-966.