

DESIGN DE REATORES, CONTROLE DE PROCESSOS E EDUCAÇÃO: UMA ABORDAGEM INTEGRADA NA CONSTRUÇÃO DE UMA MINI PLANTA PARA A PRODUÇÃO DE BIODIESEL

Data de submissão: 15/09/2023

Data de aceite: 02/10/2023

Maurino Magno de Jesus Junior

Universidade Federal do Espírito Santo
Departamento de Engenharia e Tecnologia
(DET)
São Mateus-ES
<http://lattes.cnpq.br/9405414749500983>

Ana Beatriz Neves Brito

Universidade Federal do Espírito Santo
Departamento de Engenharia e Tecnologia
(DET)
São Mateus-ES
<http://lattes.cnpq.br/3606604113019271>

Carlos Minoru Nascimento Yoshioka

Universidade Federal do Espírito Santo
Departamento de Engenharia e Tecnologia
(DET)
São Mateus-ES
<http://lattes.cnpq.br/6948945548186089>

rota tradicional para a produção de biodiesel ocorre via transesterificação alcalina em fase homogênea de triglicerídeos presentes em óleos vegetais. O desenvolvimento de tecnologias para otimizar o processo e assim obter uma produção seletiva de biodiesel utilizando diferentes tipos de matéria-prima é importante para tornar o processo viável economicamente. Dessa forma, o presente trabalho tem como objetivo projetar, construir e avaliar a eficiência de uma mini planta para a produção de biodiesel em batelada, buscando aplicar e integrar os conhecimentos adquiridos nas disciplinas do curso de Engenharia Química. Os materiais utilizados para a estrutura física da planta foram conexões e tubos em aço inox 304 e 316. Para o controle das variáveis de operação foi utilizado microcontrolador Arduino nano, sensores de vazão, infravermelho e temperatura. A eficiência da mini planta foi avaliada a partir do estudo da conversão de óleo de soja comercial e óleo de soja utilizado em frituras, tendo como catalisador NaOH e etanol anidro como agente esterificante. Para análise da conversão de biodiesel foram utilizadas as técnicas de cromatografia em camada delgada, espectroscopia infravermelho com transformada de Fourier (FTIR). Os

RESUMO - A escassez dos combustíveis fósseis vinculada à crescente demanda energética e a problemática ambiental, fez com que os biocombustíveis fossem implementados na matriz energética nacional. Entre os biocombustíveis hoje explorados, o biodiesel se destaca em função da sua característica renovável, biodegradável e com menor toxicidade. A

resultados das análises demonstraram que houve a conversão de triglicerídeos em biodiesel e com rendimento de 89% e 84% (m/m) na conversão do óleo de soja comercial e óleo de soja usado em frituras. Além disso, a mini planta permitirá ser utilizada como ferramenta didática nas disciplinas de termodinâmica, reatores químicos, controle de processos e fenômenos de transporte.

PALAVRAS - CHAVE: Desenvolvimento de processos, Biodiesel, Ensino de Engenharia Química, Conversão, Triglicerídeos

REACTOR DESIGN, PROCESS CONTROL, AND EDUCATION: AN INTEGRATED APPROACH IN THE CONSTRUCTION OF A MINI PLANT FOR BIODIESEL PRODUCTION

ABSTRACT: The scarcity of fossil fuels linked to the increasing energy demand and environmental issues resulted in the implementation of biofuels in the national energy matrix. Among the biofuels currently explored, biodiesel stands out due to its renewable, biodegradable, and lower toxicity characteristics. The traditional route for biodiesel production occurs through alkali-catalyzed transesterification in a homogeneous phase of triglycerides found in vegetable oils. Developing technologies to optimize the process and achieve selective biodiesel production using different types of raw materials is crucial to making the process economically viable. Thus, the present work aims to design, build, and evaluate the efficiency of a batch mini plant for biodiesel production, seeking to apply and integrate the knowledge acquired in the Chemical Engineering course disciplines. The materials used for the physical structure of the plant included stainless steel 304 and 316 connections and tubes. For the control of operation variables, an Arduino Nano microcontroller, flow sensors, infrared sensors, and temperature sensors were used. The efficiency of the mini plant was assessed through the study of the conversion of commercial soybean oil and used soybean oil, using NaOH as the catalyst and anhydrous ethanol as the esterifying agent. Thin-layer chromatography and Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) techniques were employed to analyze biodiesel conversion. The analysis results demonstrated the conversion of triglycerides into biodiesel with yields of 89% and 84% (w/w) for the conversion of commercial soybean oil and used frying soybean oil, respectively. In addition, the mini plant will be used as a teaching tool in the subjects of thermodynamics, chemical reactors, process control and transport phenomena.

KEYWORDS: Process development, Biodiesel, Chemical Engineering Education, Conversion, Triglycerides

1 | INTRODUÇÃO

A produção do biodiesel ocorre por diferentes tipos de tecnologias: em meio homogêneo (transesterificação e esterificação), heterogêneo (utilização de um catalisador heterogêneo), por biocatálise (utilização de processos enzimáticos) e por processos térmicos (pirólise, craqueamento e o hidrocrackeamento). (RAMOS *et. al*, 2011). Entre as tecnologias mencionadas, destaca-se a reação de transesterificação catalítica homogênea, utilizando como matéria-prima uma fonte de óleo animal ou vegetal, um agente esterificante

(álcool), e um catalisador. (RAMOS *et. al*, 2011).

De acordo com Hirakuri, Lazzarotto e Ávila (2010) a matéria-prima proveniente de fonte vegetal (soja, algodão, girassol, mamona, amendoim, pinhão manso, canola e dendê) assim como as provenientes de fontes animais (gordura de frango e o sebo bovino) fornece os triglicerídeos essenciais para a produção do biodiesel (HIRAKURI, LAZZAROTTO E ÁVILA, 2010). Os agentes esterificantes empregados são álcoois de cadeia curta (metanol, etanol, butanol propanol e álcool amílico). No entanto, os mais utilizados são o etanol e o metanol, devido às características relacionadas ao tamanho da cadeia (SILVEIRA, 2011).

Dentre os agentes esterificantes, o metanol é amplamente utilizado como agente esterificante em todo o mundo devido as vantagens físico-químicas e ao baixo custo. O metanol apresenta várias desvantagens, incluindo alta toxicidade, potencial carcinogênico, produção a partir de fontes não renováveis e o país não tem autossuficiência na sua produção. Por outro lado, o etanol também é uma opção viável, apesar de algumas dificuldades técnicas, como a dificuldade de separação do biodiesel com a glicerina. No entanto, o etanol se torna atrativo no ponto de vista estratégico e ambiental, devido à sua baixa toxicidade, produção a partir de fontes renováveis (cana de açúcar) e pelo fato de o Brasil ser o maior produtor de álcool do mundo. (SILVA, 2007 e LOFRANO, 2008).

Os catalisadores mais utilizados nesse sistema são o hidróxido de sódio e de potássio, sendo que as quantidades utilizadas variam de 0,3 a 1,5% (VAN GERPEN *et. al*, 2004). Cordeiro *et. al* (2011), destacam dois detalhes importantes para tornar a produção de biodiesel. Primeiramente, o óleo deve conter um baixo teor de ácidos graxos livres, a fim de evitar o consumo do catalisador alcalino e, conseqüentemente, reduzir o rendimento do processo de alcoólise. Outro requisito importante é o baixo teor de umidade, uma vez que a presença de água no meio reacional desloca o equilíbrio químico em favor da hidrólise do alcóxido. Schuchardt *et. al* (1998) ainda afirmam que a presença de água pode induzir a hidrólise dos monoésteres produzidos, o que, por sua vez, resultará na redução do rendimento do processo. A Figura 1, descreve a reação de transesterificação com catalisadores básicos.

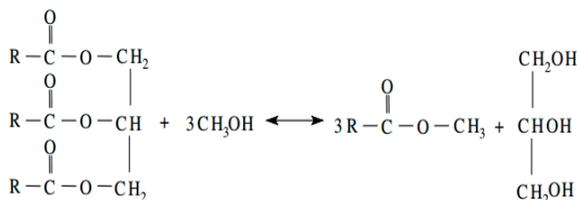


Figura 1: Reação de transesterificação.

Fonte: Vicente, 2004.

O controle da agitação do meio reacional durante a produção de biodiesel também é

um fator crucial e requer atenção. Inicialmente, uma alta velocidade de rotação é aplicada para que ocorra uma mistura completa entre as matérias-primas e o catalisador. À medida que a reação avança, o processo requer uma menor velocidade de agitação para favorecer a separação do glicerol e o biodiesel formado. Os tempos reacionais variam de 20 a 60 minutos (VAN GERPEN *et. al*, 2004).

O reator em regime de batelada é o método mais simples para produção do biodiesel. Ele consiste em um tanque que pode ser fechado ou equipado com um condensador de refluxo, com agitação, no qual, os reagentes são adicionados em proporções estequiométricas. Para o processo, a temperatura de operação normalmente usada é de aproximadamente 65°C, embora alguns trabalhos relatam temperaturas de 25°C a 85°C. (VAN GERPEN *et. al*, 2004). As características básicas de um reator em batelada são apresentadas por Silveira (2011). A sua utilização está vinculada a processos em pequena escala, pois são mais econômicos que os reatores contínuos.

Para obter uma mistura perfeita no meio reacional de um reator, é necessário a utilização de impelidores e chicanas que apresentam as características e dimensões adequadas, levando em consideração a geometria do reator, a viscosidade e densidade do fluido, bem como a velocidade de rotação do impelidor (MCCABE, SMITH, HARRI- OTT, 1993 e NUNHEZ *et. al* 2007). As dimensões do tanque de agitação incluem o diâmetro interno (T), diâmetro do impelidor (D), largura da pá do impelidor (W), a distância entre o fundo do reator e o impelidor (C), a altura do líquido (Z) e a largura das chicanas (B). A Figura 2, ilustra um tanque agitado convencional e suas respectivas dimensões.

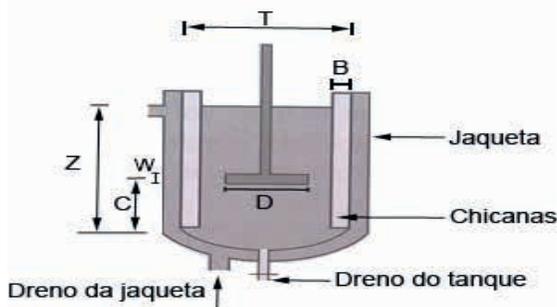


Figura 2: Tanque agitado convencional.

Fonte: Nunhez *et. al*, 2007.

As relações geométricas mais utilizadas para o dimensionamento de um reator são: $D/T = \text{de } 1/4 \text{ a } 1/2$ ($1/3$ é o mais comum); $Z/T=1$; $C/T = 1/6 \text{ a } 1/2$ ($1/3$ é o mais comum); $B/T = \text{de } 1/10 \text{ a } 1/12$; $W/D = \text{de } 1/4 \text{ a } 1/6$.

A chicana mais utilizada é aquela apresentada na a Figura 2 (tipo chapa). Ela é empregada para induzir um distúrbio ou redirecionamento do fluxo, maximizando

a transferência de potência para o fluido e minimizando, assim, a rotação sólida e o efeito vórtice (MCCABE; SMITH; HARRIOTT, 1993). Nunhez *et. al* (2007) classificam os impelidores com base no regime da mistura. Em regime laminar, não há necessidade de utilizar as chicanas, e os impelidores têm diâmetro próximo ao diâmetro do tanque, já em regimes turbulentos, os impelidores ainda são classificados como fluxo axial e fluxo radial, os mais utilizados são o tipo naval, pá e turbina. O autor também apresenta as relações geométricas típicas usadas pelos impelidores, Tabela 1, e suas características operacionais, Tabela 2.

Tipo de impelidor	Relações Geométricas
Pás	$W = 1/5D$
Turbina (Rushton)	$L = 1/4D$ $W = 1/5D$ Diâmetro do disco = $2/3D$
Naval	Passo da curva = $1,5D$

Tabela 1: Relação geométrica das características utilizadas por diversos impelidores (D= diâmetro do impelidor, W= Largura da pá, L= comprimento da pá).

Fonte: Nunhez *et. al*, 2007.

Um exemplo da utilização de um reator em batelada na produção de biodiesel é apresentado por Ferrari (2005). O autor descreve a produção de biodiesel por meio da reação de transesterificação do óleo neutro utilizando um reator em batelada com capacidade de 5 litros, operando a 45°C por 5 minutos. As matérias-primas utilizadas incluíram 3 litros de óleo, 1,5 litros de etanol anidro e 15 gramas de NaOH. Como resultado, obteve-se uma conversão de 97%.

Tipo de impelidor	Faixa de Viscosidade (Pa.s)	Rotação típica (RPM)
Naval	<2	300 a 1750
Pás	<1000	20 a 150
Turbina	<50	100 a 350

Tabela 2: Características de operação de alguns impelidos.

Fonte: Nunhez *et. al*, 2007.

A aplicação de um reator em batelada com agitação em uma planta industrial é descrita por Van Gerpen *et. al* (2004), que apresentam em seu trabalho o design de uma planta industrial de produção de biodiesel, utilizando um reator em batelada com agitação, Figura 3. Segundo os autores, o óleo é adicionado no reator, seguido do catalisador e álcool em excesso, com intuito de fazer com que a reação de transesterificação ocorra mais efetivamente. O sistema é agitado durante todo o tempo reacional e, em seguida, a agitação é interrompida. Para a próxima etapa, a separação do glicerol do biodiesel pode ser realizada em duas metodologias: na primeira, a separação inicial de ésteres e glicerol

é feita no próprio reator, enquanto que na segunda, a mistura da reação é bombeada para um decantador ou é separada utilizando uma centrífuga. O excesso de álcool pode ser recuperado tanto da fase do glicerol, quanto do biodiesel.

Os ésteres produzidos são neutralizados, lavados com água aquecida e ligeiramente ácida, com intuito de remover o excesso de catalisador utilizado na reação de transesterificação e o sabão formado durante o processo, seguido por uma etapa de retirada de água em suspensão (secagem).

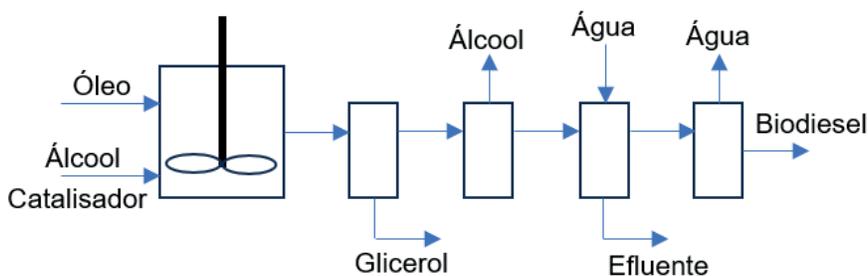


Figura 3: Designer do processo em batelada.

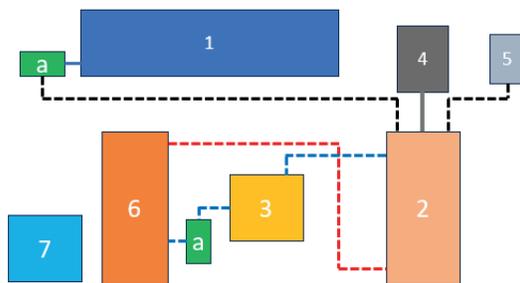
Fonte: Adaptado de VAN GERPEN *et. al*, 2004.

Com base nas informações discutidas, o objetivo deste trabalho é projetar, construir e avaliar a eficiência de uma mini planta de produção de biodiesel. Esta planta é composta por um reator em batelada, um sistema de agitação, aquecimento e de armazenamento de matéria-prima, todos controlados por micro controlador Arduino nano com auxílio de módulos e sensores de temperatura e velocidade. O projeto tem como finalidade criar um equipamento que permita o estudo das etapas da produção de biodiesel que viabilize um *scale-up* da produção de biodiesel a nível de bancada. Além disso, a planta será utilizada como ferramenta didática para as disciplinas de termodinâmica, reatores químicos, controle de processos e fenômenos de transporte.

2 | METODOLOGIA

2.1 Construção da mini planta de produção de biodiesel

Tendo como base as informações apresentadas por Van Gerpen *et. al* (2004), foi projetada uma mini planta de produção de biodiesel com capacidade máxima de 1,8 L. A planta é composta por um tanque de armazenamento de óleo, um sistema de aquecimento de água, um tanque de armazenamento de água quente, um reator encamisado, um tanque para armazenamento da solução alcoólica do catalisador, um sistema de agitação para o reator e um painel de controle para inserção dos parâmetros operacionais. A Figura 4, apresenta o design simplificado do projeto da planta de produção de biodiesel.



- | | |
|--------------------------------|--|
| a- Bomba centrífuga; | 4- Sistema de agitação; |
| 1- Tanque para armazenar óleo; | 5- Tanque para armazenar (álcool+catalisador); |
| 2- Reator encamisado; | 6- Sistema de aquecimento de água; |
| 3- Reservatório de água; | 7- Painel de Controle. |

Figura 4: Design simplificado do projeto da planta de produção de biodiesel.

2.2 Construção do tanque de armazenamento de óleo.

O tanque com capacidade de aproximadamente 2,3 L, foi confeccionado com um tubo cilíndrico em PVC de 75 mm de diâmetro e 50 cm de comprimento e duas tampas em PVC de 75 mm de diâmetro. A bomba centrífuga foi acoplada em uma das extremidades do tanque (b1), e é responsável em injetar o volume de óleo requerido no reator. Para controlar o volume de óleo adicionado ao reator foi utilizado um sensor de medição de vazão conectado a uma mangueira que interliga o tanque de armazenamento de óleo até o reator. Outra precaução aplicada foi a fixação de uma válvula tipo monobloco entre a bomba acoplada no tanque de armazenamento de óleo e o medidor de vazão, o que permite o operador interromper totalmente o fluxo de óleo após a transferência da quantidade requerida.

2.3 Construção do reator

O reator encamisado foi construído de acordo com as informações apresentadas por Silveira (2011) e Van Gerpen *et. al* (2004). Dois tubos cilíndricos em aço inox 304 foram utilizados, um de 4" de diâmetro, para a parede interna do reator, e um de 6" de diâmetro, para a parede externa do reator. Para a parte cônica do fundo do reator foi utilizada uma bucha de redução concêntrica em aço inox 304 de 3"/1". Para unir todas os componentes, uma barra chata foi usinada de maneira a unir os tubos e a bucha de redução. Para o aquecimento do reator, a entrada e saída do fluido foram feitas na parte superior e inferior da parede externa do reator (tudo de 6") utilizando dois espigões de 1/4" em aço inox 304.

A tampa para o reator foi usinada a partir de um cilindro de tecnil de 120 mm de diâmetro de maneira a encaixar no reator. Para uma melhor vedação, foram colocados dois anéis o-ring na lateral da tampa. Também foram feitas perfurações para duas entradas para

as matérias-primas, uma para o eixo de mistura e um aliviador de pressão. A representação esquemática da tampa pode ser observada na Figura 5a.

Para a retenção da mistura reacional na parte interna do reator, foi soldada em uma das extremidades uma válvula do tipo monobloco em aço inox 304 de 1". O reator foi orientado verticalmente, a altura do líquido reacional não será igual ao diâmetro do reator, sendo necessário mais de um impelidor no eixo de mistura. A Figura 5b apresenta o desenho simplificado do reator em batelada construído.

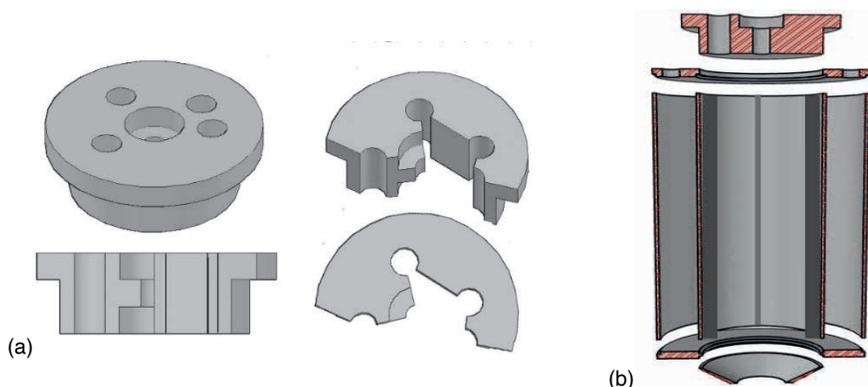


Figura 5: Tampa do reator (a) e desenho simplificado de um reator batelada construído (b).

A partir do embasamento teórico apresentado por McCabe; Smith; Harriott (1993) e Nunhez *et. al* (2007), os impelidores e as chicanas para o reator foram calculadas e as peças necessárias foram usinadas. Para agitar a mistura reacional, foi utilizado um eixo de 10 mm de diâmetro e 35 centímetros de comprimento em aço inox 304, e 5 impelidores com 6 pás. Os impelidores foram usinados a partir de um eixo de 1"½ de diâmetro em aço inox 316, numa fresa de topo. Sua fixação no eixo foi possível com a ajuda de parafusos tipo allen sem cabeça sextavado interno em aço inox, posicionado na lateral do impelidor. A partir de uma das extremidades do eixo, os impelidores foram fixados com espaçamento de 34 mm até que se atinja uma altura de 200 mm, altura da parede interna do reator.

Para a injeção do catalisador e o etanol anidro dentro do reator, um tanque externo para armazenamento foi construído. O tanque é constituído por um tubo cilíndrico, em aço inox 304, de 4" de diâmetro e 10 cm de altura. A parte inferior possui um formato de cone, para ajudar na injeção da solução dentro do reator. Para retenção da solução, foi soldada na parte cônica uma válvula tipo monobloco de 3/8". A conexão entre o tanque e o reator é possível por meio da mangueira de ¼".

2.4 Sistema de aquecimento do reator

O aquecimento do reator foi realizado pela troca térmica entre o fluido quente (água aquecida) e a parede interna da camisa do reator em um sistema fechado. A água

fria contida no tanque de armazenamento (recipiente retangular resistente a calor com capacidade de 3 litros) é bombeada por meio de duas bombas centrífuga (b2 e b3) ligadas em série para um tanque cilindro de 2" de diâmetro e 30 cm de comprimento em aço inox 304 contendo uma resistência de 300W no seu interior. O fluido quente é então direcionado para a parte inferior da camisa do reator, na qual, troca calor verticalmente, e em seguida retorna para o tanque de armazenamento de água. O controle de temperatura foi realizado por meio de um termopar acoplado a camisa de aquecimento do reator.

2.5 Sistema de agitação

O sistema de agitação é constituído pelo eixo de rotação acoplado a um motor de 41W. O controle de rotação da mistura reacional foi obtido através da comparação entre a velocidade inserida pelo operador, no painel de controle, e a velocidade inicial. Isso foi possível a partir da integração de um dimmer com triac, capaz de controlar a tensão de alimentação do motor, e um sensor infravermelho, responsável por medir a velocidade de rotação. Para determinar a velocidade inicial, foi obtida uma equação a partir da modelagem matemática da curva de calibração entre a velocidade de rotação e a potência do motor. O circuito do dimmer com triac, bem como os componentes necessários para sua construção estão descritos na Figura 6.



Figura 6: Circuito do dimmer com triac

Fonte: Site instructables.com

O sensor de infravermelho, Figura 7a, foi posicionado próximo ao acoplamento do eixo de mistura ao motor, Figura 7b. Para medir a velocidade de rotação, o acoplamento foi pintado de preto e uma faixa de branco, Figura 7c. Isso fará com que o módulo de infravermelho emita um sinal para o micro controlador (Arduino nano) a cada mudança da coloração (preto para o branco). A velocidade de rotação é obtida pela soma de sinais recebidos no Arduino nano durante um determinado intervalo de tempo.

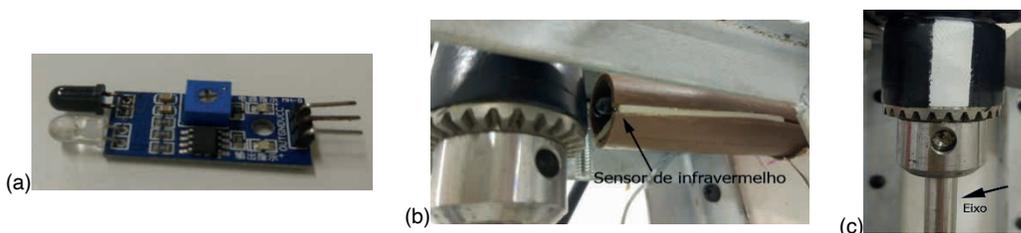


Figura 7: Módulo sensor de infravermelho (a). Posicionamento do sensor de infravermelho (b). Pintura do acoplamento (c).

2.6 Alimentação elétrica e controle da planta

A alimentação elétrica foi realizada por meio de uma fonte (127V) que gera 5V para alimentação do Arduino, sensores e 12V para as bombas centrífugas. Além disso, foi utilizado um transformador 220/35+35 para alimentar o motor (35V) e a resistência (70V).

Para o controle da planta foi utilizado além dos sensores já citados, arduino, quatro potenciômetros de B100K, para inserção dos valores de *set points* (volume de óleo requerido, temperatura da reação, tempo reacional e a velocidade de rotação) no painel de controle, um lcd 20x4 i2c, para mostrar os valores de *set points* inseridos pelo operador com o auxílio dos potenciômetros, dois botões, dois leds vermelhos, duas placas PWM para controle de vazão das duas bombas centrífugas (b2 e b3) do sistema de aquecimento e um módulo relé de 5 canais para ligar ou desligar os componentes elétricos em função do controle. Para elaboração do módulo relé de cinco canais, Figura 8a, foram replicados cinco vezes o circuito utilizado para acionar o relé com o Arduino, Figura 8b, sobre uma placa de fenolite 10cm x 20cm.

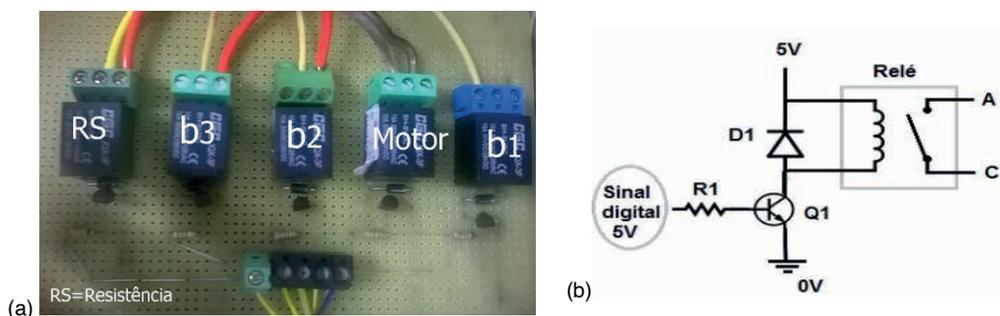


Figura 8: Módulo relé pronto (a) e circuito para acionar o relé com Arduino (b).

Fonte: Site engenheirando.com

2.7 Parâmetros operacionais da planta.

Os parâmetros operacionais pré-determinados pelo operador serão inseridos inicialmente no painel de controle da planta, utilizando-se de quatro potenciômetros. O potenciômetro 1 (P1) está relacionado ao volume de óleo que deve ser inserido dentro do reator; P2 está relacionado à temperatura que deve ocorrer a reação; P3 está relacionado à velocidade de agitação; P4 está relacionado ao tempo reacional.

Para que o microcontrolador Arduino consiga relacionar os valores requeridos pelo operador (*set point*) e os valores lidos pelos sensores, foi necessário determinar uma função que relaciona ambas as informações, ou seja, obter uma curva de calibração para cada variável. Para obter a curva de calibração do volume inserido no reator em relação aos pulsos obtidos pelo medidor de vazão, foi incrementado o número de pulsos de 50 em 50 e mediu-se o volume obtido. Para determinar a curva de calibração de temperatura para

o termopar, utilizou-se de um banho termostático, com agitação, como referência variando a temperatura em 5 em 5 graus e os valores obtidos pelo sensor foram registrados. A curva de calibração para a rotação do motor foi obtida variando em 2 em 2 a porcentagem de potência, na qual 40, apresenta a potência mínima de rotação (0%) e 62, apresenta a potência máxima (100%).

2.8 Estrutura da planta.

Após a construção de cada parte da planta separadamente, todas elas foram organizadas e fixadas num tablado contendo uma área de 0,60 m². Para fixação e interligação dos mesmos foram utilizados fixadores para tubos, cantoneiras, parafusos e mangueiras. Após a etapa de fixação ter sido terminada, a planta foi anexada a dois pedestais, deixando-a na posição vertical. Em seguida foram fixados os sensores e feito a montagem da parte elétrica, a próxima etapa foi submeter a planta a vários testes, com intuito de encontrar problemas, vazamentos e validar a calibração feita anteriormente.

2.9 Produção de biodiesel a partir da mini planta.

A eficácia da mini planta foi avaliada em função da taxa de conversão do óleo de soja comercial em ésteres (v/v) operando em rota etílica. A metodologia utilizada foi proposta por FERRARI (2005). As quantidades de matéria-prima para a produção de biodiesel foram proporcionais e nas mesmas condições realizadas pelos autores, considerando a capacidade mínima da mini planta. Para cada batelada foram utilizados 500 mL de óleo, 250 mL de etanol e 2,5g de NaOH. As condições reacionais foram mantidas a 45°C, 5 min e velocidade de mistura de 860 RPM.

Foram feitas seis bateladas, três utilizando o óleo comercial sem nenhum tipo de tratamento e três com óleo usado em frituras, doado pelo restaurante universitário da Universidade Federal do Espírito Santo, campus São Mateus, que foi submetido a duas etapas de filtragem. A primeira etapa de filtragem é uma etapa para retirada de sólidos grandes oriundos de restos de alimentos, para isso, o óleo foi filtrado utilizando como meio filtrante uma camada espessa de palha de aço. Em seguida o óleo foi submetido a uma filtragem a vácuo utilizando como meio filtrante filtro de papel. Após essa etapa o óleo foi armazenado em um tambor de 20L, a fim de obter um óleo homogêneo.

Ao término de cada batelada o produto obtido foi retirado do reator e transferido para um funil separador de 1000 mL. Para acelerar a etapa de separação das duas fases, uma rica em ésteres etílico e a outra rica em glicerol, foi adicionado 100 mL de solução de glicerina comercial ao produto. A mistura ficou em repouso até que não houvesse mais variação de volume em cada fase, aproximadamente 90 minutos.

Após a separação das fases, a fase rica em biodiesel foi separada dos demais e passada por três processos de purificação. Na primeira etapa foi recuperado o excesso de etanol, utilizando um evaporador rotativo. A recuperação ocorreu a 60°C a uma pressão

reduzida de 400 mmHg até que não se obtivesse mais etanol. A segunda etapa, consistiu em lavar o biodiesel com água destilada a 90°C levemente ácida, com 5% de HCl, até que a água de lavagem estivesse aproximadamente neutra. Para verificação do pH da água de lavagem, foi utilizada uma solução a 1% de fenolftaleína como indicador. Para a terceira etapa, os ésteres etílicos passaram por um processo de secagem a 100°C sob um vácuo de 400 mmHg durante 1 hora.

2.10 Análise do biodiesel.

O produto final de cada batelada foi analisado qualitativamente através de cromatografia em camada delgada e por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR). Para a cromatografia em camada delgada, o óleo utilizado e o biodiesel produzidos foram inicialmente dissolvidos em éter de petróleo e aplicados sobre a placa cromatográfica, tendo a sílica como fase estacionária. Para a fase móvel foi utilizada uma mistura ternária de éter etílico, éter de petróleo e ácido acético na proporção de 80:19:1. Após a eluição da fase móvel a placa cromatográfica foi revelada com vapores obtidos pelo aquecimento de cristais de iodo. Para requisito de comparação, serão utilizados os valores teóricos dos fatores de retenção para óleo *in natura* (triacilglicerídeos); óleo usado em fritura, biodiesel (óleo *in natura*); biodiesel (óleo usado).

A técnica analítica de FTIR foi aplicada nas amostras dos óleos utilizados e nas amostras de biodiesel produzido, sendo conduzido na faixa de onda de 400 a 4000 cm^{-1} , utilizando um espectrômetro Agilent modelo AgilentCary 630 FTIR Spectrometer.

A eficiência da planta foi calculada em função da quantidade de óleo utilizado em cada batelada e o volume de biodiesel purificado obtido ao final de cada reação (v/v %).

3 | RESULTADO E DISCUSSÃO

Como resultados preliminares, foram obtidas as dimensões dos impelidores e das chicanas, as curvas de calibração para o volume de óleo inserido no reator, temperatura e velocidade de rotação do motor. A Tabela 3, descreve as dimensões calculadas para os impelidores e chicanas na construção do reator.

Impelidor		Chicana	
Tipo	Pá	Tipo	Chapa
D	35 mm	B	10 mm
W	10 mm	Z	200 mm
L	6 mm	Nº Chicanas	4
Nº Impelidores	5	-	-
Espaçamento entre os impelidores.	34 mm	-	-

Tabela 3: Descrição do impelidor e chicana.

O controle do volume de óleo utilizado, temperatura e velocidade de rotação tendo como base os valores inseridos no painel de controle foi realizado a partir da modelagem matemática das curvas de calibração. As equações obtidas Figura 9-a, b e c foram utilizadas na programação do Arduino.

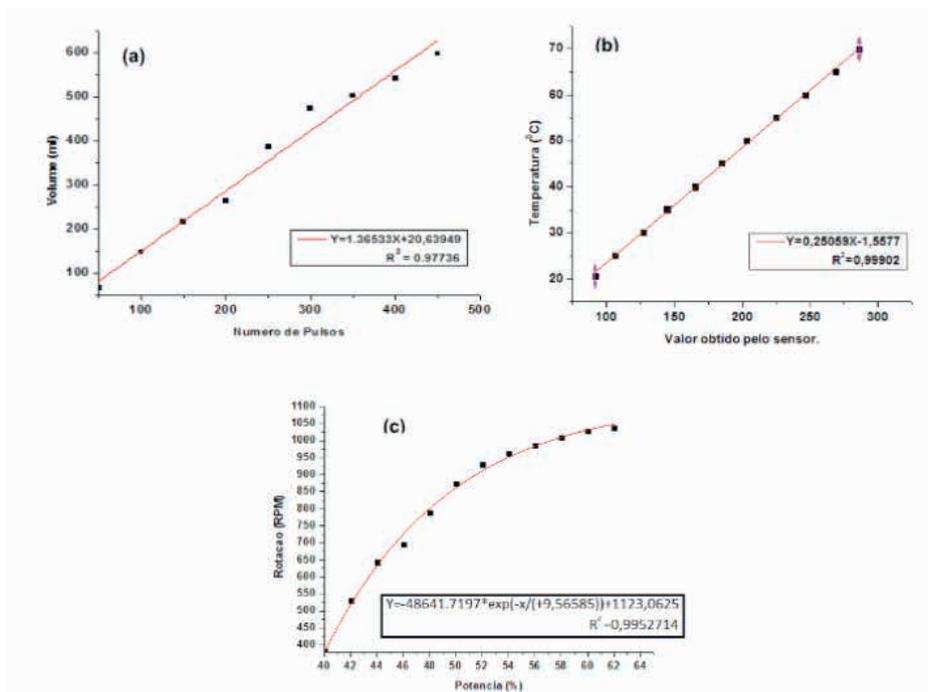


Figura 9: Curva de calibração para variável volume (a), temperatura (b) e velocidade de rotação (c).

Após a construção da mini planta de produção de biodiesel, Figura 10, os testes iniciais indicaram que a mini planta teve um comportamento aceitável e que o sistema de injeção de matéria-prima, o sistema de controle de rotação juntamente com as bombas de circulação de água quente trabalhou conforme esperado.

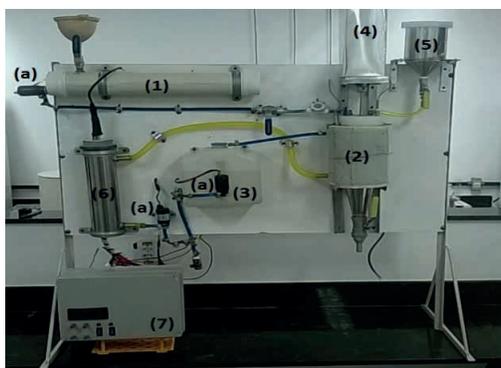


Figura 10: Mini planta de produção de biodiesel.

A partir da análise qualitativa de FTIR da formação de ésteres etílicos nas amostras após a realização dos experimentos com a mini planta, obteve-se dois gráficos, um contendo os espectros de absorção do óleo de soja comercial e do óleo de soja usado em fritura juntamente com os respectivos biodieseis obtidos. Figura 11a e b.

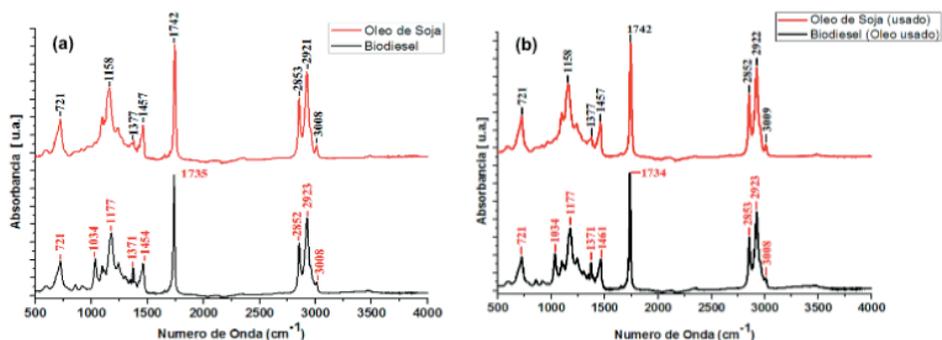


Figura 11: Espectro de absorbância para o óleo comercial (a) e para o biodiesel produzido pelo óleo comercial (b).

A partir dos resultados é possível notar um comportamento parecido entre as amostras do óleo e do biodiesel. Isso pode ser explicado pela similaridade das ligações e grupos funcionais da matéria-prima e do produto formado. Bandas intensas na região do espectro de absorbância próxima a 1742cm⁻¹ são atribuídas ao estiramento da ligação C=O da função carbonila; bandas na região próximas a 2852, 2922 e 3008cm⁻¹ são referentes ao estiramento simétrico e assimétrico da ligação C-H de grupos metílicos. Como o composto possui mais de quatro grupos metílicos ligados a ele, surge também uma banda de absorção próxima a 720cm⁻¹; a absorção próxima a 1460cm⁻¹ faz referência aos modos de deformação angular simétrica no plano para CH₂—CH₂—; a presença de bandas próximas às regiões de 1245-1243cm⁻¹ e 1180-1166cm⁻¹, com intensidades moderadas, são atribuídas às vibrações de estiramentos assimétricos acoplados de C—O. (LOPES; FASCIO, 2004; MUELLER, D, 2011; BARBOSA, 2007).

A diferença entre os espectros do óleo utilizado e o biodiesel formado foi o aparecimento de uma banda de absorção na região próxima a 1035 cm⁻¹. A banda formada corresponde ao estiramento do grupo funcional O-C-C presente no biodiesel, o que confirma a formação de biodiesel em rota etílica (VENTURA, 2012).

O resultados dos fatores de retenção dos óleos e das amostras de biodiesel obtidos a partir da cromatografia em camada delgada estão descritos na Tabela 4.

Tipo	R_f
Óleo de soja comercial	0,66
Produto formado	0,79
Óleo de soja usado	0,70
Produto formado	0,81
Valor padrão biodiesel	0,83

Tabela 4: Valores de R_f dos óleos utilizados, dos biodiesel produzido.

Comparando os valores de R_f dos óleos utilizados e dos produtos formados, observa-se que houve uma variação do valor de R_f . O valor padrão do R_f para o biodiesel é de aproximadamente 0,83 (FROEHNER; LEITHOLD; JÚNIOR, 2007) e está próximo do valor obtido nas amostras de biodiesel, tabela 4, confirmando assim a conversão dos triglicerídeos em biodiesel.

A produção de biodiesel a partir de óleo de soja comercial utilizando a mini planta obteve uma eficiência de 89% (v/v), já utilizando óleo de fritura, obteve uma eficiência da planta de 84% (v/v). Vale destacar, que os óleos utilizados neste trabalho não foram analisados em função da humidade e acidez. Fatores estes que, quando melhorados podem aumentar a eficiência do processo.

4 | CONCLUSÃO

Após vários testes realizados na mini planta para produção de biodiesel, é possível concluir que houve um desempenho satisfatório com rendimento de 89% e 84% (V/V) para conversão de triglicerídeos em biodiesel a partir de óleo comercial e óleo usado em frituras. Os resultados obtidos ainda podem ser melhorados a partir do estudo que possibilite melhorar as características dos óleos e dos parâmetros reacionais utilizados. O sistema ainda possibilita estudar a produção de biodiesel em uma escala, a partir de dados em pequena escala (bancada) e a influência desse aumento de escala durante a produção. Podendo trabalhar com diferentes tipos de matérias-primas, diferentes tipos de catalisadores, variando os valores de temperatura, volume de óleo, tempo de reação e velocidade de rotação da mistura. Além disso, ser utilizada como ferramenta didática nas disciplinas de termodinâmica, cinética química, controle de processos e fenômenos de transporte.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a empresa Alcon pela doação do álcool anidro utilizado nos experimentos, ao professor doutor Eduardo Perini Muniz pela utilização do espectrômetro Agilent modelo AgilentCary 630 FTIR Spectrometer, o professor mestre Miguel Dias Júnior pela ajuda na parte de usinagem das peças para a construção do reator.

REFERÊNCIAS

BARBOSA, L. C. A.; **Espectroscopia no infravermelho na caracterização de compostos orgânicos**, Ed. da UFV: Viçosa, 2007.

CORDEIRO, C. S., Silva, F. R., Wypych, F., & Ramos, L. P. Catalisadores heterogêneos para a produção de monoésteres graxos (biodiesel). **Química Nova**, vol.34, no.3, 477-486, São Paulo, 2011. Disponível em: <<http://quimicanova.sbq.org.br>>. Acesso em: 23 de agosto. 2017.

FERRARI, R. A.; Oliveira, V. S.; Scabio, A. Biodiesel de soja – taxa de conversão em ésteres etílicos, caracterização físico-química e consumo em gerador de energia. **Química Nova**, Vol. 28, n. 1, 19-23, 2005. Disponível em: <<http://quimicanova.sbq.org.br>>. Acesso em: 23 de novembro. 2017.

FROEHNER, S.; LEITHOLD, J.; JÚNIOR, L. F. L. Transesterificação de óleos vegetais: caracterização por cromatografia em camada delgada e densidade. **Química nova**, v. 30, n. 8, p. 2016, 2007.

HIRAKURI, Marcelo Hiroshi; LAZZAROTTO, J. José; ÁVILA, M. Turra de. **Avaliação da relação entre soja e produção de biodiesel**. In: CONGRESSO SOCIEDADE BRASILEIRA DE ECONOMIA, ADMINISTRAÇÃO E SOCIOLOGIA RURAL, 48, 2010, Campo Grande, MS. Tecnologias, desenvolvimento e integração social: anais. Campo Grande, MS: SOBER, 2010.

LOFRANO, R. C. Z. Uma revisão sobre biodiesel. **Revista Científica do UNIFAE**, São Paulo v. 2, n. 2, p.83-89, 2008.

LOPES, W. A.; FASCIO, M. Esquema para interpretação de espectros de substâncias orgânicas na região do infravermelho. **Química Nova**, v. 27, n. 4, p. 670-673, 2004.

MCCABE, W. L.; SMITH, J. C.; HARRIOTT, P. **Unit operations of chemical engineering**. New York: McGraw-Hill, 1993.

MUELLER, D. **Metodologia para identificação dos óleos vegetais utilizados como matéria-prima na produção de biodiesel por espectroscopia no infravermelho aplicando métodos multivariados de análise**. Dissertação (Departamento de Pós-Graduação de Sistemas e Processos Industriais), Universidade de Santa Cruz do Sul, Santa Cruz do Sul, 2011.

NUNHEZ, J. R. *et. al.* **Agitação e mistura na indústria**. Rio de Janeiro: LTC, 2007. 3-23p.

RAMOS, L. P.; SILVA, F. R.; MANGRICH, A. S.; CORDEIRO, C. S., 2011, **Tecnologias de Produção de Biodiesel**, Rev. Virtual Quim., 2011, 3 (5), 2011. Disponível em: <http://www.uff.br/rvq> Acesso em dezembro de 2017.

SCHUCHARDT, U.; SERCHELI, R.; VARGAS, R. M. Transesterification of vegetable oils: a review. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 9, n. 3, p. 199-210, 1998. Disponível em: <<http://jbc.s bq.org.br/>>. Acesso em: 26 de outubro. 2017.

SILVA, F. C. *et. al.* Produção de Biodiesel por Transesterificação do Óleo de Soja com Misturas de Metanol-Etanol. **Anais do I Congresso da Rede Brasileira de Tecnologia do Biodiesel**. Brasília: Rede Brasileira de Tecnologia do Biodiesel, 2007. v. 2. p. 141-146.

SILVEIRA, B. I. **Produção de Biodiesel – Análise e Projeto de Reatores Químicos**. São Paulo: Biblioteca24horas, 2011.

VAN GERPEN, J.; Shanks, B.; Pruszko, R.; Clements, D.; Knothe, G. Biodiesel analytical methods. **National Renewable Energy Laboratory**, July 2004 [NREL/SR-510-36240] Colorado, p.37-47. Disponível em: < <https://www.nrel.gov>>. Acesso em: 27 de novembro. 2017.

VENTURA M. S. **Uso da Espectroscopia Óptica e Espectrometria de Lente Térmica no Estudo de Blendas Óleo-Biodiesel e Biodiesel-Diesel**. 89f. Dissertação (Mestrado em Recursos Naturais), Programa de Pós-Graduação em Recursos Naturais, Universidade Estadual do Mato Grosso do Sul, Mato Grosso do Sul, 2012.

VICENTE, G.; MARTINEZ, M.; ARACIL, J. Integrated biodiesel production: a comparison of different homogeneous catalysts systems. **Bioresource technology**, v. 92, n. 3, p. 297-305, 2004. Disponível em: < <https://www.journals.elsevier.com/bioresource-technology> >. Acesso em: 08 de mar. 2017.