

Impactos das Tecnologias nas Engenharias 5

**Franciele Bonatto
João Dallamuta
Rennan Otavio Kanashiro
(Organizadores)**

Franciele Bonatto
João Dallamuta
Rennan Otavio Kanashiro
(Organizadores)

Impactos das Tecnologias nas Engenharias

5

Atena Editora
2019

2019 by Atena Editora

Copyright © da Atena Editora

Editora Chefe: Profª Drª Antonella Carvalho de Oliveira

Diagramação e Edição de Arte: Lorena Prestes e Geraldo Alves

Revisão: Os autores

Conselho Editorial

- Prof. Dr. Alan Mario Zuffo – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul
Prof. Dr. Álvaro Augusto de Borba Barreto – Universidade Federal de Pelotas
Prof. Dr. Antonio Carlos Frasson – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Prof. Dr. Antonio Isidro-Filho – Universidade de Brasília
Profª Drª Cristina Gaio – Universidade de Lisboa
Prof. Dr. Constantino Ribeiro de Oliveira Junior – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Profª Drª Daiane Garabeli Trojan – Universidade Norte do Paraná
Prof. Dr. Darllan Collins da Cunha e Silva – Universidade Estadual Paulista
Profª Drª Deusilene Souza Vieira Dall’Acqua – Universidade Federal de Rondônia
Prof. Dr. Eloi Rufato Junior – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Prof. Dr. Fábio Steiner – Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul
Prof. Dr. Gianfábio Pimentel Franco – Universidade Federal de Santa Maria
Prof. Dr. Gilmei Fleck – Universidade Estadual do Oeste do Paraná
Profª Drª Girlene Santos de Souza – Universidade Federal do Recôncavo da Bahia
Profª Drª Ivone Goulart Lopes – Istituto Internazionele delle Figlie de Maria Ausiliatrice
Profª Drª Juliane Sant’Ana Bento – Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Prof. Dr. Julio Candido de Meirelles Junior – Universidade Federal Fluminense
Prof. Dr. Jorge González Aguilera – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul
Profª Drª Lina Maria Gonçalves – Universidade Federal do Tocantins
Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte
Profª Drª Paola Andressa Scortegagna – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Profª Drª Raissa Rachel Salustriano da Silva Matos – Universidade Federal do Maranhão
Prof. Dr. Ronilson Freitas de Souza – Universidade do Estado do Pará
Prof. Dr. Takeshy Tachizawa – Faculdade de Campo Limpo Paulista
Prof. Dr. Urandi João Rodrigues Junior – Universidade Federal do Oeste do Pará
Prof. Dr. Valdemar Antonio Paffaro Junior – Universidade Federal de Alfenas
Profª Drª Vanessa Bordin Viera – Universidade Federal de Campina Grande
Profª Drª Vanessa Lima Gonçalves – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Prof. Dr. Willian Douglas Guilherme – Universidade Federal do Tocantins

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) (eDOC BRASIL, Belo Horizonte/MG)

I34 Impactos das tecnologias nas engenharias 5 [recurso eletrônico] / Organizadores Franciele Bonatto, João Dallamuta, Rennan Otavio Kanashiro. – Ponta Grossa (PR): Atena Editora, 2019. – (Impactos das Tecnologias nas Engenharias; v. 5)

Formato: PDF
Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader
Modo de acesso: World Wide Web
Inclui bibliografia
ISBN 978-85-7247-195-4
DOI 10.22533/at.ed.954191503

1. Engenharia. 2. Inovações tecnológicas. 3. Tecnologia.
I. Bonatto, Franciele. II. Dallamuta, João. III. Kanashiro, Rennan Otavio.

CDD 658.5

Elaborado por Maurício Amormino Júnior – CRB6/2422

O conteúdo dos artigos e seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de responsabilidade exclusiva dos autores.

2019

Permitido o download da obra e o compartilhamento desde que sejam atribuídos créditos aos autores, mas sem a possibilidade de alterá-la de nenhuma forma ou utilizá-la para fins comerciais.

www.atenaeditora.com.br

APRESENTAÇÃO

Caro leitor(a)

A engenharia, em um aspecto etimológico é derivada do latim ingenium , cujo significado é "inteligência" e ingeniare , que significa "inventar, conceber". A inteligência de conceber define o engenheiro.

Fácil perceber que aqueles cujo ofício está associado a inteligência de conceber, dependem umbilicalmente da tecnologia. Mostrar parte desta ligação é o principal propósito desta obra.

Nela reunimos várias contribuições de trabalhos, ligados sobretudo a indústria petroquímica com potencial de impacto nas engenharias. São apresentados vários trabalhos de cunho tecnológico associados a temas como Biodiesel, Offshore, técnicas e ensaios associados a manutenção e segurança, processos químicos, entre outras temáticas. Todos com resultados e discussões enriquecedoras.

Aos autores dos diversos trabalhos que compõe esta obra, expressamos o nosso agradecimento pela submissão de suas pesquisas junto a Editora Atena. Aos leitores, desejamos que esta obra possa colaborar com suas carreiras e gerar uma reflexão mais aprofundada sobre a relação entre a tecnologia e a engenharia.

Boa leitura!

Franciele Bonatto
João Dallamuta
Rennan Otavio Kanashiro

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1	1
PRODUÇÃO DE BIODIESEL ATRAVÉS DA REAÇÃO DE TRANSESTERIFICAÇÃO COM ÓLEO RESIDUAL E CATALISADOR DO TIPO ZS/MCM-41	
<i>Heloísa do Nascimento Souza</i>	
<i>Mateus Andrade Santos da Silva</i>	
<i>Carlos Eduardo Pereira</i>	
<i>José Jailson Nicacio Alves</i>	
<i>Bianca Viana de Sousa Barbosa</i>	
DOI 10.22533/at.ed.9541915031	
CAPÍTULO 2	12
DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIA PARA A DETERMINAÇÃO DE ADULTERANTES NO DIESEL S10 COM ÓLEOS VEGETAIS	
<i>Anne Beatriz Figueira Câmara</i>	
<i>Fernanda Maria de Oliveira</i>	
<i>Heloise Oliveira Medeiros de Araújo Moura</i>	
<i>Leila Maria Aguilera Campos</i>	
<i>Clenildo de Longe</i>	
<i>Luciene da Silva Santos</i>	
DOI 10.22533/at.ed.9541915032	
CAPÍTULO 3	24
BENTONITA CÁLCICA TRATADA QUIMICAMENTE VIA ACIDIFICAÇÃO E IMPREGNADA COM ÓXIDO METÁLICO COMO CATALISADOR NA OBTENÇÃO DE BIODIESEL	
<i>Renan Pires de Araújo</i>	
<i>Yasmin Maria da Silva Menezes</i>	
<i>Erivaldo Genuino Lima</i>	
<i>Adriana Almeida Cutrim</i>	
DOI 10.22533/at.ed.9541915033	
CAPÍTULO 4	32
REDUÇÃO DO TEOR DE ÓLEOS E GRAXAS DA ÁGUA PRODUZIDA UTILIZANDO MICROEMULSÃO COM TENSOATIVO VEGETAL	
<i>Jôsy Suyane de Brito Souza</i>	
<i>Luiz Mário Nelson de Góis</i>	
<i>José Roberto de Souza</i>	
<i>George Simonelli</i>	
<i>Luiz Carlos Lobato dos Santos</i>	
DOI 10.22533/at.ed.9541915034	
CAPÍTULO 5	45
REUTILIZAÇÃO DO CATALISADOR DO TIPO MOO ₃ /MCM-41 NA REAÇÃO DE TRANSESTERIFICAÇÃO DO ÓLEO DE SOJA	
<i>Heloísa do Nascimento Souza</i>	
<i>André Miranda da Silva</i>	
<i>José Jailson Nicacio Alves</i>	
<i>Bianca Viana de Sousa Barbosa</i>	
DOI 10.22533/at.ed.9541915035	

CAPÍTULO 6 53

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO DIESEL APÓS ADIÇÃO DO BIODIESEL EM DIFERENTES PROPORÇÕES

Lorena Silva Querino da Costa
Tatyane Medeiros Gomes da Silva
Rafael Viana Sales
Anne Beatriz Figueira Câmara
Leila Maria Aguilera Campos
Luciene Santos de Carvalho

DOI 10.22533/at.ed.9541915036

CAPÍTULO 7 61

DIFERENTES MÉTODOS DE EXTRAÇÃO DO MATERIAL LIPÍDICO PRESENTE NO CHORUME: UM POSSÍVEL CAMINHO PARA PRODUÇÃO DE BODIESEL

Tamara Miranda de Moura
Miguel Martins dos Santos Neto
Daniele da Silva Oliveira
Rafael Oliveira Batista
Anne Gabriella Dias Santos
Luiz di Souza

DOI 10.22533/at.ed.9541915037

CAPÍTULO 8 78

AVALIAÇÃO DO COMPLEXO OXALATO MISTO DE NIÓBIO E TÂNTALO COMO CATALISADOR NA PRODUÇÃO DE BODIESEL VIA ESTERIFICAÇÃO METÍLICA

Tiago Fernandes de Oliveira
Maria Veronilda Macedo Souto
Angelinne Costa Alexandrino
Carlson Pereira de Souza
Rayane Ricardo da Silva

DOI 10.22533/at.ed.9541915038

CAPÍTULO 9 87

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ZNMCM-41 E NIMCM-41 APLICADOS NA DESSULFURIZAÇÃO ADSORTIVA DO DIESEL CÔMBUSTÍVEL

Rafael Viana Sales
José Alberto Batista da Silva
Tatiana de Campos Bicudo
Maritza Montoya Urbina
Leila Maria Aguilera Campos
Luciene da Silva Santos

DOI 10.22533/at.ed.9541915039

CAPÍTULO 10 99

INFLUÊNCIA DO FRACIONAMENTO DE PETRÓLEO POR SISTEMA PRESSURIZADO PARA A DETERMINAÇÃO DE ÁCIDOS NAFTÊNICOS POR GC/MS E GC×GC/TOF-MS

Juciara dos Santos Nascimento
Roberta Menezes Santos
Flaviana Cardoso Damasceno
Silvia Maria Silvia Egues
Elton Franceschi
Lisiane dos Santos Freitas

DOI 10.22533/at.ed.95419150310

CAPÍTULO 11 112

DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIA PARA DETERMINAÇÃO DE ENXOFRE TOTAL EM PETRÓLEO PESADO POR CROMATOGRAFIA DE ÍONS

Álvaro Gustavo Paulo Galvão
Jildimara de Jesus Santana
Izabel Kaline da Silva Oliveira
Emily Cintia Tossi de Araújo Costa
Djalma Ribeiro da Silva

DOI 10.22533/at.ed.95419150311

CAPÍTULO 12 121

OTIMIZAÇÃO DO MÉTODO DE SEPARAÇÃO SARA E USO DE CORRELAÇÕES MATEMÁTICAS NA AVALIAÇÃO COMPOSICIONAL DE ÓLEOS CRUS

Keverson Gomes de Oliveira
Heloise Oliveira Medeiros de Araújo Moura
José Alberto Batista da Silva
Valdic Luiz da Silva
Ramoni Renan Silva de Lima
Luciene da Silva Santos

DOI 10.22533/at.ed.95419150312

CAPÍTULO 13 131

TÉCNICA DE INSPEÇÃO ULTRASSÔNICA PARA O MONITORAMENTO DO MECANISMO DE DANO EM DUTOS DE TRANSPORTE DE PETRÓLEO

David Domingos Soares da Silva
Genilton da França Barros Filho

DOI 10.22533/at.ed.95419150313

CAPÍTULO 14 138

USO DE ENSAIO NÃO DESTRUTIVO BASEADO EM PARÂMETROS MAGNÉTICOS COMO TÉCNICAS AVANÇADAS DE MANUTENÇÃO PARA O MONITORAMENTO DA INTEGRIDADE ESTRUTURAL DE EQUIPAMENTOS OFFSHORE

David Domingos Soares da Silva
Genilton da França Barros Filho

DOI 10.22533/at.ed.95419150314

CAPÍTULO 15 144

SIMULAÇÃO FLUIDODINÂMICA (CFD) DE VAZAMENTO DE GASES INFLAMÁVEIS EM PLATAFORMAS OFFSHORE

Davith da Silva Campos
Anaximandro Anderson Pereira Melo de Souza
Paulo Emanuel Medeiros Paula
Lígia Maria dos Santos Barros Rodrigues
Luís Jorge Mesquita de Jesus

DOI 10.22533/at.ed.95419150315

CAPÍTULO 16 153

CONCEPTUAL DEVELOPMENT OF AN UNDERGROUND EXCAVATION TECHNIQUE

Lidiani Cristina Pierri
Rafael Pacheco dos Santos
Jair José dos Passos Junior
Anderson Moacir Pains
Marcos Aurélio Marques Noronha

DOI 10.22533/at.ed.95419150316

CAPÍTULO 17	164
ANÁLISE DE UM TESTE DE FORMAÇÃO A POÇO REVESTIDO DA BACIA POTIGUAR	
<i>Marcio Murinelly Josino Filho</i>	
<i>João Luiz Porfirio da Silva</i>	
<i>Regina Celia de Oliveira Brasil Delgado</i>	
<i>Jardel Dantas da Cunha</i>	
<i>Antônio Robson Gurgel</i>	
DOI 10.22533/at.ed.95419150317	
CAPÍTULO 18	172
REMOÇÃO DE ÓLEOS E TURBIDEZ DA ÁGUA PRODUZIDA DO PETRÓLEO UTILIZANDO POLIELETROLITOS COMERCIAIS	
<i>Valécia Dantas de Souza</i>	
<i>João Luiz Porfirio da Silva</i>	
<i>Márcio Murinelly Josino Filho</i>	
<i>Andrea Francisca Fernandes Barbosa</i>	
<i>Rafael Oliveira Batista</i>	
DOI 10.22533/at.ed.95419150318	
CAPÍTULO 19	180
OBTENÇÃO DE ALUMINATO DE ZINCO ATRAVÉS DO MÉTODO HIDROTÉRMICO ASSISTIDO POR MICRO-ONDAS E APLICAÇÃO COMO CATALISADOR NA OBTENÇÃO DO BIODIESEL	
<i>Erivane Oliveira da Silva</i>	
<i>Guilherme Leocárdio Lucena</i>	
<i>Max Rocha Quirino</i>	
DOI 10.22533/at.ed.95419150319	
CAPÍTULO 20	191
ESTUDO DA LUMINOSIDADE EM SOLUÇÃO DE NITRATO DE PRATA PARA DETERMINAÇÃO DE SULFETO EM ÁGUA POR POTENCIOMETRIA	
<i>Larissa Sobral Hilário</i>	
<i>Letícia Gracyelle Alexandre Costa</i>	
<i>Ana Gabriela Soares da Silva</i>	
<i>Henrique Borges de Moraes Juviano</i>	
<i>Djalma Ribeiro da Silva</i>	
DOI 10.22533/at.ed.95419150320	
SOBRE OS ORGANIZADORES	199

REUTILIZAÇÃO DO CATALISADOR DO TIPO $\text{MOO}_3/\text{MCM-41}$ NA REAÇÃO DE TRANSESTERIFICAÇÃO DO ÓLEO DE SOJA

Heloísa do Nascimento Souza

Universidade Federal de Campina Grande
Campina Grande - Paraíba

André Miranda da Silva

Universidade Federal de Campina Grande
Campina Grande - Paraíba

José Jailson Nicacio Alves

Universidade Federal de Campina Grande
Campina Grande - Paraíba

Bianca Viana de Sousa Barbosa

Universidade Federal de Campina Grande
Campina Grande - Paraíba

RESUMO: A procura por combustíveis que diminuam os teores de gases poluentes na atmosfera, faz com que o biodiesel surja como uma alternativa de biocombustível que contribui com o desenvolvimento sustentável. O biodiesel pode ser obtido através da reação de transesterificação que ocorre entre óleos animais ou gorduras vegetais com álcoois de cadeia curta, na presença de catalisadores homogêneos ou heterogêneos. O objetivo deste trabalho é sintetizar o catalisador $\text{MoO}_3/\text{MCM-41}$ com 30% de trióxido de molibdênio, e aplica-lo na reação de transesterificação do óleo de soja, assim como, avaliar a influência da reutilização do catalisador em novos ciclos reacionais. A síntese da peneira molecular MCM-41 foi realizada com a seguinte

composição molar: 144,0 H_2O : 0,3 CTABr: 11 NH_3 : 1,0 TEOS. O trióxido de molibdênio foi impregnado por saturação de volume de poro na peneira molecular mesoporosa MCM-41 em um percentual de 30%, e foi aplicado na reação de transesterificação. O catalisador foi reutilizado em mais dois ciclos reacionais, sem a utilização de nenhum tipo de regeneração. Os óleos obtidos foram avaliados de acordo com as especificações descritas no Regulamento Técnico ANP N° 3/2014 que está anexado a Resolução ANP N° 45, de 25 de agosto de 2014, onde os óleos alcançaram rendimentos acima de 50%, e densidade dentro dos parâmetros da ANP.

PALAVRAS-CHAVE: MCM-41, molibdênio, biodiesel, desativação catalítica, transesterificação.

ABSTRACT: The demand for fuels that reduce the levels of polluting gases in the atmosphere, made biodiesel to emerge as a alternative biofuel that contributes to sustainable development. Biodiesel can be obtained through the transesterification reaction that occurs between animal oils or vegetable fats with short chain alcohols, in the presence of homogeneous or heterogeneous catalysts. The objective of this work is to synthesize the $\text{MoO}_3/\text{MCM-41}$ catalyst with 30% of molybdenum trioxide and apply it to the transesterification reaction of soybean oil,

as well as to evaluate the influence of the reuse of the catalyst in new reaction cycles. The synthesis of the MCM-41 molecular sieve was performed with the following molar composition: 144.0 H₂O: 0.3 CTABr: 11 NH₃: 1.0 TEOS. The molybdenum trioxide was impregnated by pore volume saturation in the mesoporous molecular sieve MCM-41 in a percentage of 30% and was applied in the transesterification reaction. The catalyst was reused in two more reaction cycles, without the use of any type of regeneration. The oils obtained were evaluated according to the specifications described in Technical Regulation ANP N°3/2014, which is attached to ANP Resolution No. 45, dated August 25, 2014, where the oils reached yields above 50%, and density within the parameters of the ANP.

KEYWORDS: MCM-41, molybdenum, biodiesel, catalytic deactivation, transesterification.

1 | INTRODUÇÃO

Diante da preocupação mundial em relação a poluição, especialmente à atmosférica, o biodiesel surge como uma alternativa para a substituição do óleo diesel, contribuindo para minimizar a dependência do petróleo, fonte de diversos combustíveis utilizados no setor automobilístico, que geram gases poluentes (GERIS *et al*, 2007). É um biocombustível e pode ser obtido a partir de óleos vegetais, gorduras animais e fontes alternativas, tais como bio-óleos e algas. Além disso, é facilmente disponível, ambientalmente favorável e exibe um papel importante como biocombustível (EVANGELISTA *et al*, 2012).

A reação de transesterificação para obtenção do biodiesel, também conhecida como alcoólise, consiste na reação entre óleos ou gorduras de origem vegetal ou animal, reagindo com álcoois de cadeia curta (MENEHETTI *et al.*, 2013). Ela utiliza catalisadores homogêneos ou heterogêneos, no entanto, o processo por catálise de base homogênea sofre sérias limitações, resultando em altos custos na produção de biodiesel. Esses problemas podem ser minimizados com o uso de catalisadores heterogêneos no processo de transesterificação (EVANGELISTA *et al*, 2012).

Determinados catalisadores heterogêneos são formados a partir de componentes ativos que são incorporados em suportes, para que se tenha catalisadores mais estáveis, as peneiras moleculares são um exemplo de suporte. A peneira molecular mesoporosa MCM-41 vem sendo muito utilizada em diversas reações por possuir características interessantes como o seu arranjo hexagonal e suas altas áreas de superfície específicas que se tornam atraentes para diversas áreas de pesquisa (NASCIMENTO *et al*, 2016). O trióxido de molibdênio é um exemplo de material ativo que pode ser incorporado a peneira molecular MCM-41, ele possui características relevantes como a alta acidez de Lewis, que é interessante para a reação de transesterificação (BIGI *et al*, 2014).

Uma das principais características dos catalisadores heterogêneos é de poder ser

reutilizado, todavia, com o passar do tempo os catalisadores sofrem uma desativação, que é a perda da atividade de um catalisador ao longo do tempo, e é ocasionada pelo tipo de aplicação e pelos contaminantes da reação (OKOYE & HAMEED, 2015). Diversos mecanismos de desativação podem ocorrer ao catalisador, como adsorção de componentes venenosos, deposição de coque e alterações químicas do catalisador (sinterização) (SATYANARAYANA, 2016). Mesmo se utilizando a regeneração catalítica, a longo prazo, a desativação irreversível levará ao descarte do catalisador (TRIMM, 1989).

Esse trabalho tem como objetivo sintetizar o catalisador $\text{MoO}_3/\text{MCM-41}$ com 30% de trióxido de molibdênio, e aplicá-lo na reação de transesterificação do óleo de soja, assim como, avaliar a influência da reutilização do catalisador em novos ciclos reacionais.

2 | METODOLOGIA

Síntese da Peneira Molecular MCM-41

A metodologia utilizada na síntese da peneira molecular MCM-41 foi baseada no trabalho de Cruz (2010). Inicialmente adicionou-se o direcionador estrutural CTABr em água deionizada à 50°C sob agitação constante, permanecendo nestas condições por trinta minutos. Em seguida, deixou-se a solução esfriar até a temperatura ambiente e adicionou-se o agente mineralizante NH_4OH , agitando-se a mistura por mais quinze minutos. Posteriormente, foi adicionada a fonte de sílica TEOS, agitando-se a solução por mais duas horas. Após o término do tempo reacional, o gel obtido foi submetido a um tratamento térmico em autoclaves sob pressão autógena, a 30°C por 24 horas. O material obtido foi então lavado com água deionizada, até atingir $\text{pH} = 11$ e em seguida foi seco em estufa a 60°C por 24 horas. A remoção do direcionador estrutural se deu pelo processo de ativação por calcinação em duas etapas, a primeira etapa sob fluxo de nitrogênio, da temperatura ambiente até 200°C a uma taxa de aquecimento de 10 °C/min, permanecendo nesta temperatura por 1 hora. Em seguida o fluxo de nitrogênio foi substituído por ar sintético, aquecendo a amostra de 200°C até atingir 550°C, numa taxa de 2°C/min permanecendo nesta temperatura por 6 horas.

Síntese do catalisador $\text{MoO}_3/\text{MCM-41}$

A incorporação do sal heptamolibdato de amônio tetrahidratado $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ na estrutura da peneira molecular MCM-41, foi realizada a partir da impregnação por saturação de volume de poros. A peneira molecular mesoporosa MCM-41 foi inicialmente seca por 24 horas a 60 °C. Posteriormente, a massa do sal precursor do molibdênio a ser incorporada na peneira foi dissolvida em um volume de água deionizada, referente à quantidade de volume de poros do suporte, e então adicionou-

se a solução ao suporte até atingir o ponto de umidade incipiente. O material obtido foi seco na estufa a 60 °C por 24 horas. Em seguida o material foi submetido ao processo de ativação por calcinação, o material foi aquecido da temperatura ambiente até 200 °C, com uma taxa de aquecimento de 10 °C/min, sob fluxo de nitrogênio a uma vazão de 100 mL/g_{cat}.min, permanecendo por 1 hora nestas condições. Em seguida, o fluxo de nitrogênio foi substituído por Ar sintético e a amostra foi aquecida até atingir 450 °C, a uma taxa de aquecimento de 2 °C/min, passando 2 horas nessas condições.

Teste Catalítico

O catalisador de 30% de MoO₃ suportado na MCM-41 foi testado na reação de transesterificação metílica do óleo de soja, processada em um reator PAAR modelo 4848 de alta pressão, do tipo batelada. Foram adicionados, o óleo de soja e o metanol, numa razão de 1:20 e 3% de catalisador. A reação foi conduzida a uma temperatura de 150°C por 4 horas. Após o término da reação, a mistura foi colocada em um funil de decantação, permanecendo em repouso por um período de 24 horas para que houvesse a completa separação das fases. Posteriormente foi retirado o catalisador e em seguida a glicerina, restando apenas o óleo. Em seguida, foi realizada a lavagem do óleo, inicialmente com uma solução de ácido clorídrico a 10% e posteriormente com água deionizada até atingir o pH 7 e então, o óleo foi submetido à etapa de secagem com sulfato de magnésio.

Caracterizações

Caracterização do suporte e do catalisador

O suporte e o catalisador foi caracterizado através das suas propriedades estruturais obtidas por difratometria de raios X. Essa análise foi realizada em um difratômetro da marca Shimadzu XRD-6000, utilizando a radiação Cu-K α , tamanho de passo de 0,020, tempo de contagem por passo de 1.000s e 2 θ de 1,5° a 10° para a peneira molecular MCM-41 e de 1,5° a 80° para o catalisador MoO₃/MCM-41.

Caracterização do óleo obtido

Os óleos obtidos após as reações de transesterificação foram caracterizados através do teor de éster convertido, o rendimento e a densidade do óleo.

A determinação do teor de ésteres foi realizada por meio de cromatografia gasosa, onde foi utilizado um cromatógrafo gasoso Shimadzu modelo CG 2010 Plus, equipado com injetor split/splitless, detector por ionização em chama (FID), autoinjeter AOC-20i e coluna capilar 100% dimetil-polisiloxano RTX-WAX 30m x 0,32mm x 0,25 μ m (Restek Corporation). As condições de operação da análise foram FID em 250 °C, temperatura inicial da coluna em 210 °C e final de 250 °C, velocidade linear do H₂ em 50 cm/s e injeção em modo split na razão de 1:50.

O rendimento da reação de transesterificação foi calculado através da Equação

(1), que relaciona a quantidade de óleo utilizada inicialmente na reação e massa de ésteres do óleo resultante.

$$\text{Rendimento} = \frac{m_{\text{éster}}}{m_{\text{óleo}}} * 100 \quad (1)$$

O teste de densidade cinemática foi feito no equipamento da marca Anton Paar Densímetro Portátil DMA™ 35 Basic. O resultado de densidade foi feito a temperatura de 20 °C.

3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

Caracterização do suporte e do catalisador

A Figura 1 apresenta o difratograma da peneira molecular mesoporosa MCM-41.

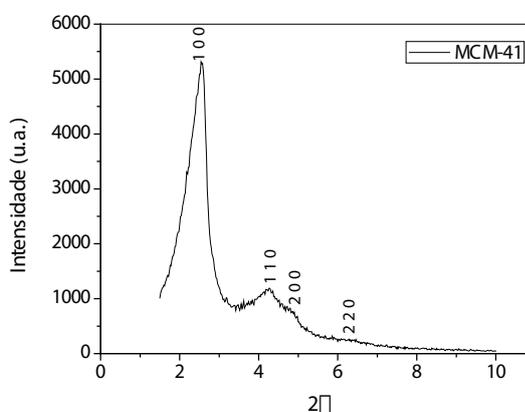


Figura 1 – Difratograma de raio-X da amostra MCM-41

O difratograma de raio-X da Figura 1 comprova a formação da estrutura da peneira molecular MCM-41, onde pode-se observar os picos característicos em 2θ entre $1,5^\circ$ e 7° , sendo o do plano (1 0 0) característico da estrutura hexagonal mesoporosa, e os planos (1 1 0), (2 0 0) e (2 2 0) da organização da peneira molecular, comprovando que o material apresentou estrutura semelhante ao da Mobil Oil Research and Development Co. (BECK *et al*, 1992).

A Figura 2 apresenta o difratograma de raio-X do catalisador $30\text{MoO}_3/\text{MCM-41}$

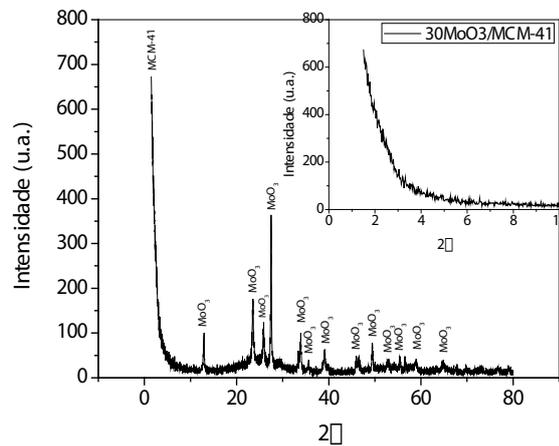


Figura 2 - Difratoograma de raio-X do catalisador 30MoO₃/MCM-41

A partir dos difratogramas apresentados na Figura 2 é possível observar que a peneira molecular MCM-41 sofre modificações na sua organização estrutural devido ao processo de incorporação do trióxido de molibdênio. Os picos referentes aos planos (11 0), (2 1 0) e (2 0 0), entre os ângulos 0 à 7, desapareceram e o pico característico da MCM-41 referente ao plano (1 0 0) apresentou menor intensidade, o que indica o preenchimento da fase hexagonal.

Através da análise dos difratogramas e com o auxílio das cartas cristalográficas da biblioteca do ICDD (International Center for Diffraction Data) por meio da carta de N°00-005-0508, foi possível identificar os picos referentes ao trióxido de molibdênio, formados a partir da decomposição do sal de molibdato de amônio sobre a MCM-41. Verifica-se no difratograma que os picos característicos do óxido de molibdênio apresentados estão entre 2θ igual 12° a 65°. Na Figura 2 é possível observar os picos de maior intensidade referente ao trióxido de molibdênio e a Tabela 1 apresenta todos os picos referentes ao trióxido de molibdênio, com seus respectivos planos.

2θ	(h k l)						
12,92	0 2 0	33,32	1 0 1	46,46	2 1 0	58,96	0 8 1
23,54	1 1 0	33,92	1 1 1	49,41	0 0 2	64,83	1 9 0
25,86	0 4 0	35,62	0 4 1	52,90	2 1 1	-	-
27,47	0 2 1	39,13	1 5 0	55,32	1 1 2	-	-
29,72	1 3 0	45,94	2 0 0	56,49	0 4 2	-	-

Tabela 1 - Picos e planos do catalisador 30MoO₃/MCM-41

Caracterização do óleo obtido

A Tabela 2 apresenta a conversão em ésteres, rendimento e densidade do óleo obtido na reação de transesterificação do catalisador em sua primeira reação e em reações consecutivas.

Reação	Conversão em Ésteres (%)	Rendimento	Densidade à 20 °C (Kg/m ³)
Inicial	88,8	78,73	879,0
Reuso I	69,6	58,20	888,0
Reuso II	69,5	57,94	889,0

Tabela 2 - Conversão em ésteres, rendimento e densidade dos óleos.

Os óleos obtidos não atingiram a especificação determinada pelo Regulamento Técnico ANP N° 3/2014, a que se refere ao biodiesel, onde o teor de ésteres mínimo é de 96,5%. Os rendimentos alcançados pela reação inicial, e pelos reusos I e II foram de 88,8, 58,20 e 57,94% respectivamente, diminuindo a cada ciclo reacional. Observa-se que todos os valores de densidade estão dentro dos parâmetros do Regulamento Técnico ANP N° 3/2014, que é entre 850 e 900 Kg/cm³.

Assim como a conversão e o rendimento diminuem à medida que um novo reuso é feito, há também um aumento na densidade do óleo. Segundo Andrade (2017) a diminuição catalítica pode estar relacionada com o bloqueio dos sítios ativos pelo depósito de glicerina, presente no catalisador, após a primeira reação, diminuindo sua atividade catalítica.

4 | CONCLUSÃO

A peneira molecular MCM-41 foi obtida a partir da síntese adotada, uma vez que os difratogramas de raios-X apresentaram os picos característicos da MCM-41, assim como constatou-se a incorporação do trióxido de molibdênio incorporado a peneira molecular MCM-41, onde seus picos característicos também foram identificados através do difratograma de raios-X. Os óleos obtidos não ficaram dentro do parâmetro mínimo de conversão de ésteres regido pelo Regulamento Técnico ANP N° 3/2014, mas alcançaram resultados de densidade dentro dos parâmetros da ANP e rendimentos acima de 50%. É perceptível que a medida que uma nova reação é realizada, o teor de ésteres convertidos e o rendimento diminuem, isso ocorre devido a desativação do catalisador e devido a adsorção de contaminantes.

AGRADECIMENTOS

Os autores deste trabalho agradecem a UFCG / CCT / UAEQ / LACCBIO.

REFERÊNCIAS

ANDRADE, M. R. A. **MoO₃ suportado na MCM-41 como catalisador heterogêneo reutilizável na reação de transesterificação**. 2017. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Processos) –

Universidade Federal Campina Grande, Campina Grande, 2017.

BIGI, Franca; PISCOPO, Calogero Giancarlo; PREDIERI, Giovanni; SARTORI, Giovanni; SCOTTI, Roberto; ZANONI, Robertino; MAGGI, Raimondo. **Molybdenum-MCM-41 silica as heterogeneous catalyst for olefin epoxidation.** Journal of Molecular Catalysis A: Chemical, v. 386, p. 108-113, 2014.

CRUZ, F. **Efeito das condições de preparação da [CTA⁺] – SiMCM-41 na atividade da transesterificação.** 90f. 2010. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós Graduação: Engenharia Química. Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2010.

GERIS, R.; SANTOS, N. A. C.; AMARAL, B. A.; MAIA, I. S.; CASTRO, V. D. E.; CARVALHO, J. R. M., **Biodiesel de soja – reação de transesterificação para aulas práticas de química orgânica.** Química Nova, v. 30, p. 1369-1373, 2007.

EVANGELISTA, João P.C.; CHELLAPPA, Thiago.; CORIOLANO, Ana C.F.; FERNANDES Valter J. Jr.; SOUZA, Luiz D.; ARAUJO, Antonio S. **Synthesis of alumina impregnated with potassium iodide catalyst for biodiesel production from rice bran oil.** Fuel Processing Technology, v. 104, p. 90-95, 2012.

NASCIMENTO, G. E. do; DUARTE, M. M. M. B.; BARBOSA, C. M. B. M. **Cerium incorporated into a mesoporous molecular sieve (MCM-41).** Brazilian Journal of Chemical Engineering, v. 33, p. 541 - 547, 2016.

MENEGHETTI, S. M. P; MENEGHETTI, M. R.; BRITO, Y.C. **A Reação de Transesterificação, Algumas Aplicações e Obtenção de Biodiesel.** Revista Virtual de Química, 2013, v. 5, p. 63-73, 2013.

OKOYE, P.U.; HAMEED, B.H. **Review on recent progress in catalytic carboxylation and acetylation of glycerol as a byproduct of biodiesel production.** Renewable and Sustainable Energy Reviews, v. 53, p.558-574, 2016.

SATYANARAYANA, C.V.; SRIKANT D.; GURAV, H.R. **Catalyst Deactivation and Regeneration.** Industrial Catalytic Processes for Fine and Specialty Chemicals, p. 339-346, 2016.

TRIMM, D.L. **Deactivation, Regeneration And Disposal Of Hydroprocessing Catalysts.** Catalysts in Petroleum Refining, p. 41-60, 1989.

Agência Brasileira do ISBN
ISBN 978-85-7247-195-4

