

**Franciele Bonatto  
Henrique Ajuz Holzmann  
João Dallamuta  
(Organizadores)**

# **Impactos das Tecnologias nas Engenharias 4**



**Franciele Bonatto  
Henrique Ajuz Holzmann  
João Dallamuta**  
(Organizadores)

# **Impactos das Tecnologias nas Engenharias**

**4**

**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 4 [recurso eletrônico] / Organizadores Franciele Bonatto, Henrique Ajuz Holzmann, João Dallamuta. – Ponta Grossa (PR): Atena Editora, 2019. – (Impactos das Tecnologias nas Engenharias; v. 4)

Formato: PDF

Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader

Modo de acesso: World Wide Web

Inclui bibliografia

ISBN 978-85-7247-194-7

DOI 10.22533/at.ed.947191503

1. Engenharia. 2. Inovações tecnológicas. 3. Tecnologia.  
I. Bonatto, Franciele. II. Holzmann, Henrique Ajuz. III. Dallamuta, João.  
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](http://www.atenaeditora.com.br)

## APRESENTAÇÃO

Caro leitor(a)

Nesta obra temos um compendio de pesquisas realizadas por alunos e professores atuantes em engenharia e tecnologia. São apresentados trabalhos teóricos e vários resultados práticos de diferentes formas de aplicação e abordagens de simulação, projetos e caracterização no âmbito da engenharia e aplicação de tecnologia.

Tecnologia é o pilar mais importante da engenharia. Os profissionais que se dedicam a pesquisa e desenvolvimento de novos produtos e processos não estão preocupados com todos os aspectos da tecnologia, mas com a tecnologia existente, bem como com a tecnologia futura considerada viável. Uma visão ampla de tecnologia é portanda fundamental para engenheiros. É esta amplitude de áreas e temas que procuramos reunir neste livro.

De abordagem objetiva, a obra se mostra de grande relevância para graduandos, alunos de pós-graduação, docentes e profissionais, apresentando temáticas e metodologias diversificadas, em situações reais

Aos autores, agradecemos pela confiança e espírito de parceria.

Boa leitura

Franciele Bonatto  
Henrique Ajuz Holzmann  
João Dallamuta

# Tecnologia e Engenharia em Foco

## SUMÁRIO

<b>CAPÍTULO 1</b> .....	<b>1</b>
<b>ANÁLISE E DIMENSIONAMENTO TÉRMICO DO SISTEMA DE UM FREIO</b>	
<i>Franklin Lacerda de Araújo Fonseca Júnior</i> <i>David Domingos Soares da Silva</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.9471915031</b>	
<b>CAPÍTULO 2</b> .....	<b>9</b>
<b>DETERMINAÇÃO E AVALIAÇÃO DA DUREZA E DA MICROESTRUTURA DO AÇO AISI 5160 NA CONDIÇÃO PADRÃO E ESFEROIDIZADO</b>	
<i>Anelise Pereira da Silva</i> <i>Suelen de Fátima Felisberto</i> <i>Amir Rivaroli Junior</i> <i>Cristina de Carvalho Ares Elisei</i> <i>Jorge Luiz Rosa</i> <i>Sérgio Roberto Montoro</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.9471915032</b>	
<b>CAPÍTULO 3</b> .....	<b>17</b>
<b>INOVAÇÕES EM BROCA: UTILIZAÇÃO DE JATO DE ÁGUA COM ALTO CONTEÚDO ENERGÉTICO E ALARGADORES MECÂNICOS COMO PRINCÍPIO DE ESCAVAÇÃO</b>	
<i>Rafael Pacheco dos Santos</i> <i>Lidiani Cristina Pierri</i> <i>Jair José dos Passos Junior</i> <i>Anderson Moacir Pains</i> <i>Marcos Aurélio Marques Noronha</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.9471915033</b>	
<b>CAPÍTULO 4</b> .....	<b>25</b>
<b>ESTUDO DE UM CONTROLADOR DE UM BRAÇO ROBÓTICO COM DOIS GRAUS DE LIBERDADE COM BASE EM LMI</b>	
<i>Márcio Roberto Covacic</i> <i>Ruberlei Gaino</i> <i>Cesar Capobianco</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.9471915034</b>	
<b>CAPÍTULO 5</b> .....	<b>33</b>
<b>INFLUÊNCIA DA VARIAÇÃO DA POTÊNCIA DE SOLDAGEM NO PROCESSO DE SOLDAGEM A LASER NO AÇO BLAR</b>	
<i>Ana Paula Alves de Oliveira</i> <i>Francisco Cardoso de Melo Junior</i> <i>Amir Rivaroli Junior</i> <i>Emerson Augusto Raymundo</i> <i>João Maurício Godoy</i> <i>Marcelo Bergamini de Carvalho</i> <i>Sérgio Roberto Montoro</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.9471915035</b>	

<b>CAPÍTULO 6 .....</b>	<b>42</b>
<b>IMPLEMENTAÇÃO DE UMA TÉCNICA DE CONTROLE PREDITIVO NÃO LINEAR PRÁTICA NO ACIONAMENTO DE UM MOTOR CC</b>	
<i>Cleber Asmar Ganzaroli</i>	
<i>Douglas Freire de Carvalho</i>	
<i>Luiz Alberto do Couto</i>	
<i>Rafael Nunes Hidalgo Monteiro Dias</i>	
<i>Wesley Pacheco Calixto</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.9471915036</b>	
<b>CAPÍTULO 7 .....</b>	<b>55</b>
<b>IMPLEMENTAÇÃO DE SISTEMA DE PRESENÇA USANDO LEITOR CCD E CRIPTOGRAFIA NO MODELO DE CIFRA DE VIGÊNERE</b>	
<i>Éric Dias Souza</i>	
<i>Victor Francisco Rigolo Fernandes de Almeida</i>	
<i>Wagner dos Santos Clementino de Jesus</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.9471915037</b>	
<b>CAPÍTULO 8 .....</b>	<b>61</b>
<b>MODELAGEM DINÂMICA E CONTROLE PID DE MANIPULADORES ROBÓTICOS COM APLICAÇÃO NO ROBÔ DENSO VP6242G</b>	
<i>Leonardo Augusto Arruda</i>	
<i>Márcio Roberto Covacic</i>	
<i>Ruberlei Gaino</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.9471915038</b>	
<b>CAPÍTULO 9 .....</b>	<b>81</b>
<b>MODELAGEM CINEMÁTICA E SIMULAÇÃO 3D DO MANIPULADOR INDUSTRIAL DENSO VP6242G</b>	
<i>Giovani Augusto de Lima Freitas</i>	
<i>Márcio Roberto Covacic</i>	
<i>Ruberlei Gaino</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.9471915039</b>	
<b>CAPÍTULO 10 .....</b>	<b>103</b>
<b>PROGRAMAÇÃO LÓGICA INDUTIVA APLICADA À COMPUTAÇÃO MUSICAL: UMA REVISÃO SISTEMÁTICA</b>	
<i>Clenio Batista Gonçalves Junior</i>	
<i>Murillo Rodrigo Petrucelli Homem</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.94719150310</b>	
<b>CAPÍTULO 11 .....</b>	<b>119</b>
<b>ANÁLISE DA MICROESTRUTURA DO FERRO FUNDIDO FC 250 SOB EFEITO DA CORROSÃO EM SOLUÇÃO ÁCIDA</b>	
<i>Lariane Ferreira Sena</i>	
<i>Rafaela Cunha dos Reis</i>	
<i>Aline Alcamin Monteiro</i>	
<i>Paula Luisa Silva</i>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.94719150311</b>	

**CAPÍTULO 12 ..... 130**

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE CÉRIA DOPADA COM GADOLÍNIA E CO-DOPADA COM ÓXIDO DE COBRE**

*Raquel Rodrigues do Nascimento Menezes  
Thamyscira Herminio Santos da Silva  
Allan Jedson Menezes de Araújo  
Erik Benigno Grisi de Araújo Fulgêncio  
Lizandra Fernanda Araújo Campos  
Ricardo Peixoto Suassuna Dutra  
Daniel Araújo de Macedo*

**DOI 10.22533/at.ed.94719150312**

**CAPÍTULO 13 ..... 146**

**CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA E MICROESTRUTURAL DE LIGAS CU-AL-MN PASSÍVEIS DO EFEITO MEMÓRIA DE FORMA ENVELHECIDAS**

*Marcos Barbosa Dos Anjos Filho  
Carlos Cássio de Alcântara  
José Joelson de Melo Santiago*

**DOI 10.22533/at.ed.94719150313**

**CAPÍTULO 14 ..... 153**

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DO ADITIVO DE CARBONO MICROGRAF® 9930MA NA CAPACIDADE C-20 DA PLACA NEGATIVA DE BATERIAS CHUMBO-ÁCIDO**

*Lucas Carvalho Santana  
André Castilho dos Santos  
Cynthia Mayara de Carvalho  
Gilberto Augusto de Oliveira Brito  
Christiano Jorge Gomes Pinheiro*

**DOI 10.22533/at.ed.94719150314**

**CAPÍTULO 15 ..... 162**

**DETERMINAÇÃO DE SÓLIDOS TOTAIS EM SUSPENSÃO NA ÁGUA PRODUZIDA: UMA ANÁLISE A PARTIR DE UMA PRÁTICA LABORATORIAL**

*Raul José Alves Felisardo  
Gabriela Menezes Silva  
César de Almeida Rodrigues*

**DOI 10.22533/at.ed.94719150315**

**CAPÍTULO 16 ..... 168**

**ADSORÇÃO DO CORANTE AZUL DE METILENO PELO BAGAÇO DE BUTIÁ PARA O TRATAMENTO DE EFLUENTES**

*Luciana Machado Rodrigues  
Vanessa Rosseto  
Clarissa Ferreira Pin  
Ethielle Bordignon de Carvalho Prestes*

**DOI 10.22533/at.ed.94719150316**

**CAPÍTULO 17 ..... 176**

**DESENVOLVIMENTO, CARACTERIZAÇÃO E APLICAÇÃO DE UM NOVO ADSORVENTE DE BAIXO CUSTO NA ADSORÇÃO E DESSORÇÃO MONO E MULTICOMPONENTE DE METAIS PESADOS EM COLUNA DE LEITO FIXO**

*Gabriel André Tochetto*  
*Danieli Brandler*  
*Deisy Maria Memlak*  
*Francine Caldart*  
*Gean Delise L. P. Vargas*  
*Cleuzir da Luz*  
*Joceane Pigatto*  
*Adriana Dervanoski*

**DOI 10.22533/at.ed.94719150317**

**CAPÍTULO 18 ..... 187**

**AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DO COMPLEXO OXALATO DE NIÓBIO NA OBTENÇÃO DE BIODIESEL SOB VIA METÁLICA**

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

**DOI 10.22533/at.ed.94719150318**

**CAPÍTULO 19 ..... 195**

**ANÁLISE DA COMPATIBILIDADE ENTRE RESÍDUO OLEOSO DA INDÚSTRIA DE E & P DE PETRÓLEO E CIMENTO PORTLAND PARA UTILIZAÇÃO EM CONCRETO**

*Yane Coutinho Lira*  
*Fernanda Cavalcanti Ferreira*  
*Romildo Alves Berenguer*  
*Rodrigo Mendes Patrício Chagas*  
*Ana Maria Gonçalves Duarte Mendonça*  
*Milton Bezerra das Chagas Filho*

**DOI 10.22533/at.ed.94719150319**

**CAPÍTULO 20 ..... 205**

**RETENÇÃO DE ÍONS METÁLICOS DE COBRE E ZINCO EM CASCA DE MARACUJÁ AMARELO**

*Bianca de Paula Ramos*  
*Rosane Freire Boina*

**DOI 10.22533/at.ed.94719150320**

**SOBRE OS ORGANIZADORES..... 217**



## AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DO COMPLEXO OXALATO DE NIÓBIO NA OBTENÇÃO DE BIODIESEL SOB VIA METÁLICA

### **Rayane Ricardo da Silva**

Universidade Federal do Rio Grande do Norte,  
Departamento de Engenharia de Materiais, Natal  
– Rio Grande do Norte.

### **Carlson Pereira de Souza**

Universidade Federal do Rio Grande do Norte,  
Departamento de Engenharia Química, Natal –  
Rio Grande do Norte.

### **Tiago Fernandes Oliveira**

Universidade Federal do Rio Grande do Norte,  
Departamento de Engenharia Química, Natal –  
Rio Grande do Norte.

### **Maria Veronilda Macedo Souto**

Universidade Federal do Rio Grande do Norte,  
Departamento de Engenharia de Materiais, Natal  
– Rio Grande do Norte.

### **Angelinne Costa Alexandrino**

Universidade Federal do Rio Grande do Norte,  
Departamento de Engenharia Química, Natal –  
Rio Grande do Norte.

**RESUMO:** Novas tecnologias estão se preocupando e dando importância para um mundo ecologicamente sustentável. O biodiesel vem sendo o principal alvo para a utilização na substituição do diesel para diminuir a emissão de poluentes. Este trabalho tem por objetivo sintetizar o biodiesel por reação de esterificação utilizando o complexo oxalato de nióbio como catalisador e avaliar seu desempenho para a conversão do ácido na produção do biodiesel.

Utilizou-se o ácido oleico e o metanol com razão molar de 1:3 com 1 % da massa do catalisador em relação a massa do ácido durante 2 horas a uma temperatura de 60 °C sob agitação de 450 rpm. Após a separação das fases foram feitas as análises no biodiesel e a avaliação da atividade catalítica, obtendo-se um resultado de 5% de conversão na reação ocorrida através de uma titulação ácido-base.

**PALAVRAS-CHAVE:** biodiesel, complexo oxalato de nióbio, ácido oléico, titulação.

**ABSTRACT:** New technologies are worrying and giving importance to an ecologically sustainable world. Biodiesel has been the main target for use in replacing diesel to reduce the emission of pollutants. This work aims to synthesize biodiesel by esterification reaction using the niobium oxalate complex as a catalyst and to evaluate its performance for the conversion of the acid to biodiesel production. The oleic acid and methanol with 1: 3 molar ratio were mixed with 1% of the mass of the catalyst relative to the mass of the acid for 2 hours at a temperature of 60 ° C under agitation of 450 rpm. After separation of the phases, the analyzes were carried out in biodiesel and the evaluation of the catalytic activity, obtaining a result of 5% conversion in the reaction occurred through an acid-base titration.

**KEYWORDS:** biodiesel, niobium oxalate

complex, oleic acid, titration.

## 1 | INTRODUÇÃO

Diante do crescimento industrial e populacional há também o crescimento pela demanda energética. Existe uma preocupação mundial em relação à utilização de derivados do petróleo, combustível não renovável, visto que são as maiores fontes causadoras de poluição no planeta, pois promovem mudanças climáticas graves, além de ser fator direto de crises econômicas e sociais em vários países. Com isso, há hoje em dia, além de uma busca, há uma necessidade também mundial de produção de energia menos poluente para substituir gradativamente a energia derivada do petróleo [RESENDE,2015].

Segundo Ma e Hanna [1999], o biodiesel é simplesmente definido como um combustível alternativo ao diesel, produzido de fontes biológicas renováveis como óleos vegetais e gorduras animais. Apresentam como possibilidades de biodiesel o uso in-natura de óleos e gorduras, ou em mistura com o diesel, ou utilizado após tratamento térmico, ou finalmente após o processo químico de transesterificação, tornando-se alquil ésteres.

O biodiesel pode ser produzido por diversos métodos entre eles temos a transesterificação e a esterificação. Em ambos podem ser usados tanto catalisadores heterogêneos quanto homogêneos, sendo que estes últimos são mais utilizados na indústria de biodiesel, além disso, nestes métodos de produção usualmente é empregado aquecimento convencional [SINGH, 2008].

A transesterificação é o processo de produção de biodiesel mais difundido no mundo, segundo Soriano [2009]. Também conhecido como alcoólise, consiste na reação entre os triacilgliceróis com um álcool de cadeia curta, na presença de um catalisador resultando na formação de monoésteres alquílicos e como subproduto a glicerina [KNOTHE, 2008].

A esterificação é uma reação muito empregada em processos industriais. Os ésteres produzidos são usados com frequência como solventes, plastificantes, aromatizantes, perfumes e como precursores para uma série de produtos farmacêuticos, agroquímicos entre outros compostos [CARMO, 2008]. Atualmente este processo químico vem ganhando muita atenção no que diz respeito à produção de biodiesel. O processo de esterificação consiste na reação entre um ácido carboxílico e um álcool na presença de um catalisador produzindo assim como na transesterificação, ésteres alquílicos, segundo Marchetti [2008] e Knothe [2008].

Já nos processos de transesterificação e esterificação, é necessário o uso de catalisadores que são espécies que atuam de forma a diminuir a energia necessária para que a reação ocorra, o que contribui para diminuir o tempo da reação, além, também, de auxiliar na obtenção de melhores rendimentos reacionais em determinadas condições de trabalho [ASAKUMA et al., 2009].

De acordo com Meher [2006], dentre os catalisadores utilizados para a produção de biodiesel via reação de transesterificação de triglicerídeos ou via esterificação de ácidos graxos podemos classifica-los como alcalinos, ácidos e enzimáticos. Estes catalisadores permitem que as reações ocorram em condições operacionais mais brandas e com taxas cinéticas muito mais rápidas do que na catálise ácida na mesma concentração.

A utilização de catalisadores heterogêneos tem vantagem técnica e ambiental em relação à catálise homogênea, como a facilitação da produção de alquil-ésteres, favorecimento da reutilização do catalisador sólido utilizado e da purificação da glicerina, além de minimizar a geração de efluentes. Muitos tipos sólidos têm sido propostos como potenciais catalisadores para a produção de biodiesel. O desempenho de tais catalisadores está diretamente relacionado com a natureza dos sítios ácidos ou básicos encontrados nestes materiais [CORDEIRO, 2011].

O presente trabalho tem por objetivo a produção de biodiesel por esterificação metálica a partir do complexo oxalato de nióbio utilizado como catalisador e avaliar sua atividade para a conversão do ácido em biodiesel.

## 2 | METODOLOGIA

No procedimento experimental foram utilizados os seguintes reagentes para a produção de biodiesel: metanol (99,8%), álcool etílico ABS, (99,5%) e o complexo oxalato de nióbio,  $(\text{NH}_4)_3[\text{NbO}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot \text{H}_2\text{O}$ .

### 2.1 Produção do catalisador

A síntese do precursor de nióbio foi seguida as seguintes etapas propostas por Medeiros [2002]:

1- Inicialmente o pentóxido de nióbio comercial ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ) é fundido na presença de bissulfato de potássio ( $\text{KHSO}_4$ ) na proporção mássica de 1:7 em um cadinho de platina, por aquecimento num bico de Bunsen durante certo tempo até que o material se apresente no estado líquido. Logo após o material é transportado para um recipiente de porcelana para resfriamento e cristalização. O produto da fusão é pulverizado com auxílio de um almofariz e pistilo, até se obter um pó homogêneo.

2- O produto da fusão é dissolvido em água destilada e submetida a aquecimento de aproximadamente 85 °C, por um período de 1 hora. Em seguida a solução é mantida em repouso em água por mais 12 horas para uma melhor aglomeração das partículas de modo a obter o pentóxido de nióbio hidratado ( $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ). Por processo de filtragem a vácuo esse material é então lavado repetidamente com água quente, com o objetivo de eliminar os íons potássio e sulfato remanescentes do processo de fusão.

3- Após esta etapa o  $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  foi dissolvido em uma solução equimolar de ácido oxálico ( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) e oxalato de amônia ( $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ ), na proporção molar de 1:3 de íons de nióbio para íons oxálico se aquecida a uma temperatura de 65°C.

O precipitado obtido é posteriormente seco em estufa a 100°C, obtendo assim um complexo intermediário de cor branca, denominado tris-oxalato-oxiníobato de amônio hidratado  $((\text{NH}_4)_3[\text{NbO}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot \text{H}_2\text{O})$ .

## 2.2 Reação de esterificação metílica

A reação ocorreu-se durante 2 horas sob agitação com a temperatura de 60 °C com razão molar de 1:3, utilizando 1% de catalisador sob agitação de 450 rpm. Logo após a reação, o catalisador foi separado através da centrifugação de 2500 rpm durante 5 minutos. Em seguida, colocou-se no funil de separação e fez-se uma lavagem com água destilada para eliminar o excesso de álcool e separar os produtos finais.

## 2.3 Método para determinação do índice de acidez das amostras

De acordo com Esteves [1995], pode-se utilizar a Metodologia Padrão Alemã para Análise de Gorduras e outros Lipídios, para medir o índice de acidez através de uma titulação ácido-base, tendo como titulante uma solução de NaOH (0,25N). Adiciona-se a uma massa conhecida da amostra, 3 gotas de NaOH (0,1N), 25 ml de álcool etílico e 1 ml de solução de fenolftaleína. O ponto de viragem é observado quando a solução fica com uma leve coloração de rosa.

Para calcular o índice de acidez, IA, utiliza a equação 1, onde N é a normalidade da solução padrão de hidróxido de sódio (0,25 N),  $V_{\text{NaOH}}$  é o volume consumido da solução padrão de hidróxido de sódio em mililitros, M é a massa molar do ácido graxo e  $m_{\text{massa}}$  é o peso da amostra sob análise em gramas.

$$IA(\%) = \frac{N \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot MM}{10 \cdot m_{\text{massa}}} * 100 \quad [1]$$

A conversão da reação pode ser estimada calculando o índice de acidez do ácido graxo ( $IA_B$ ) e do índice de acidez da amostra ( $IA_A$ ) de acordo com a equação 2:

$$\eta(\%) = \frac{IA_B - IA_A}{IA_B} * 100 \quad [2]$$

## 3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 3.1 Análise do catalisador

O difratograma de raios-x das nanopartículas do complexo oxalato de níbio pode ser observado na Figura 1 abaixo:

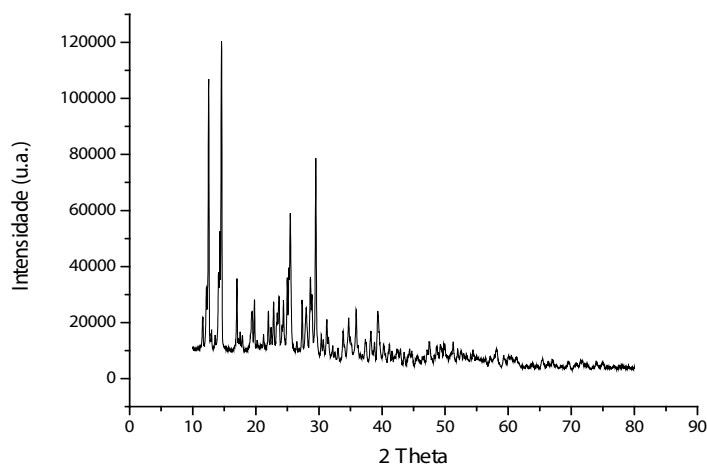


Figura 1 – Difratoograma do complexo oxalato de nióbio.

A análise de difração de raios-x foi realizada com o intuito de identificar a composição de fases do material sintetizado. A cristalinidade do material analisado foi constatada de caráter não linear a partir da linha de base do difratograma. De acordo com Medeiros [2006], a fase do complexo oxalato de nióbio foi obtida e através de uma análise comparativa com cartas padrões, constatou-se a presença dos picos principais ilustrados segundo os estudos de Su [2009].

A Figura 2 apresenta a imagem do material, complexo oxalato de nióbio, analisado por microscopia eletrônica de varredura.

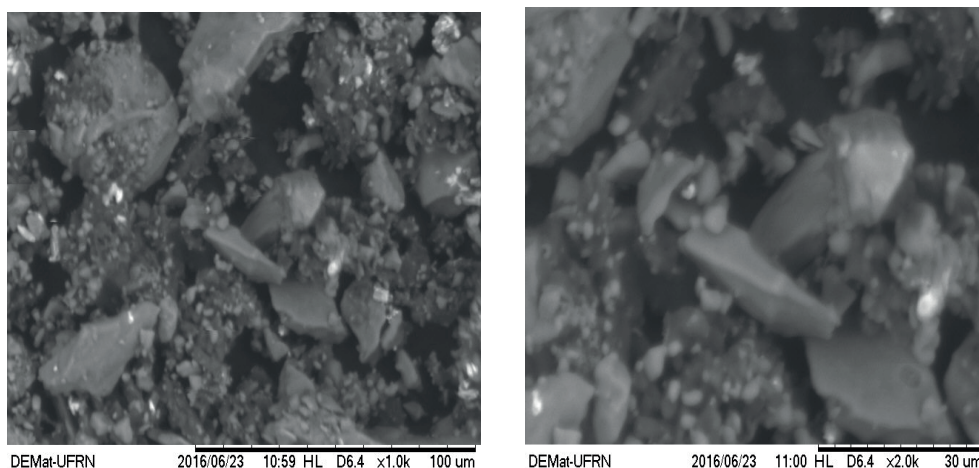


Figura 2 – MEV do  $(\text{NH}_4)_3[\text{NbO}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]\cdot\text{H}_2\text{O}$  com ampliação de 1000x e 2000x, respectivamente.

Foi possível observar a morfologia do material com aspecto de partículas aglomeradas irregulares formado com pequenos e grandes cristalitos e não se apresentam de maneira uniforme com tamanhos menores que  $20 \mu\text{m}$ .

A Figura 3 mostra o FTIR com as bandas relacionadas ao complexo oxalato de nióbio.

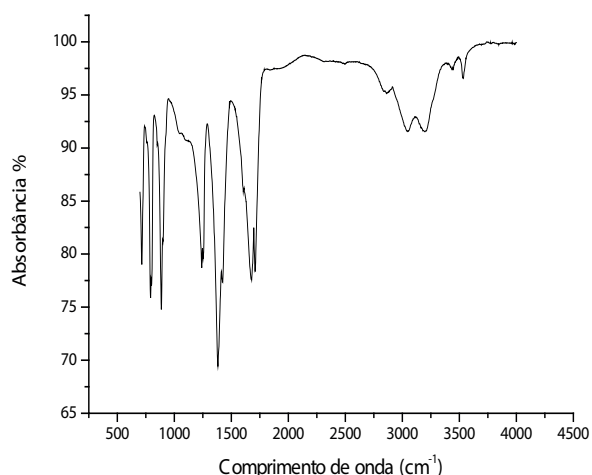


Figura 3 – Conjunto de espectros de infravermelho do  $((\text{NH}_4)_3[\text{NbO}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot \text{H}_2\text{O})$ .

A banda na região de 3539 ocorre devido a presença da amônia na molécula. Na região de 3442  $\text{cm}^{-1}$  e 3212  $\text{cm}^{-1}$ , as bandas estão relacionadas com a água de cristalização. As bandas entre 1714  $\text{cm}^{-1}$  a 1241  $\text{cm}^{-1}$  referem-se aos grupos oxalatos coordenados ao nióbio como também na região de 793  $\text{cm}^{-1}$  e 538  $\text{cm}^{-1}$ . Observa-se também, as bandas na região de 889  $\text{cm}^{-1}$  e 479  $\text{cm}^{-1}$  devido à ligação  $\text{Nb}=\text{O}$  e a ligação nióbio ao oxalato ( $\text{Nb}-\text{O}$ ) respectivamente, estes resultados estão de acordo com a literatura, Kergoat & Guerchais, [1975], Marta; Zaharescu; Macarovici, [1983], Marta, Zaharescu; Macarovici, [1979] e Brnicevic & Djirdjevic, [1973].

### 3.2 Análise do biodiesel

A Figura 4 mostra os espectros de infravermelho obtidos a partir do biodiesel entre a faixa de 4500 a 500  $\text{cm}^{-1}$ .

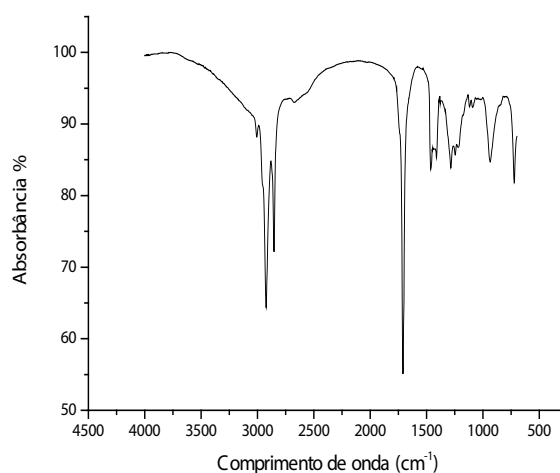


Figura 4 – Conjunto de espectros de infravermelho de biodiesel metílico.

A técnica de espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier

(FTIR) permite identificar os principais grupos orgânicos. Em uma das principais bandas como a de  $1750\text{ cm}^{-1}$  se refere ao estiramento da carbonila do éster e essa presença confirma a formação de biodiesel. Como também essa banda indica a principal diferença entre o óleo diesel e biodiesel, segundo a literatura de Ruschel et al. [2014].

Podemos observar o valor de conversão da reação de esterificação de ácido oléico com metanol na razão molar de 1:3 utilizando uma concentração de 1 % do complexo de oxalato de nióbio em relação à massa do ácido oléico, e uma temperatura de  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  em um tempo de 120 minutos foi considerada pouco significativa para o esperado. A partir da titulação ácido-base foram feitos os cálculos do índice de acidez e podemos avaliar que a conversão obtida do ácido oléico em biodiesel foi de 5%.

#### 4 | CONCLUSÃO

Neste trabalho foi produzido biodiesel metílico utilizando o complexo oxalato de nióbio como catalisador e pode-se avaliar que sua atividade catalítica não resultou em um bom rendimento, sendo este de apenas 5%. Os possíveis fatores que motivaram essa pouca conversão devem ser devido a razão molar ácido/álcool, temperatura e quantidade de catalisador. Uma vez que o sistema onde foi feita a reação deve ser otimizado dando atenção para volatilidade do álcool durante a reação.

#### REFERÊNCIAS

ASAKUMA, Y. ET AL. *Theoretical study of the transesterification of triglycerides to biodiesel fuel*. Fuel, v. 88, p. 786-791, 2009.

CARMO, A. C. Jr.; SOUZA, L. K. C.; COSTA, C. E. F.; LONGO, E.; ZAMIAN, J. R.; FILHO, G.N. R. *Production of biodiesel by esterification of palmitic acid over mesoporous aluminosilicate Al-MCM-41*. Fuel, v. 88, p. 461-468, 2008.

CORDEIRO, C. S. et. al, *Catalisadores heterogêneos para a produção de monoésteres graxos (biodiesel)*, Química Nova, v. 34, p. 477-486, 2011.

ESTEVEZ, W.; GONÇALVES, L. A. G.; ARELLANO, D. B. *Metodologia padrão alemã: para análise de gorduras e outros lipídios*. Campinas: Einheitsmethoden, 1995.

KNOTHE, G, *“Designer” Biodiesel: Optimizing Fatty Ester Composition to Improve Fuel Properties*. Energy & Fuels, v. 22, p. 1358-1364, 2008.

MA, F; HANNA, M. A, *Biodiesel production: a review*. Bioresource Technology, v. 70, p. 1–15, 1999.

MARCHETTI, J. M.; ERRAZU, A. F. *Esterification of Free Fatty Acids Using Sulfuric Acid as Catalyst in the Presence of Triglycerides*. Biomass and Bioenergy, v. 32, p. 892-895, 2008.

MARTA, L., ZAHARESCU, M. AND MACAROVICI, C.G., *Thermal and Structural Investigation of Some Oxalates-Niobium Complexes 3. Strontium Tris(oxalate)oxoniobate*. J. Thermal Analysis, v. 26, p. 87 (1983).

Marta, L., Zaharescu, M. and Macarovici, C.G., ***Thermal and Structural Investigation of Some Oxalate-niobium Complexes, Potassium Tris(oxalate)oxoniobate***. Revue Roumaine de Chimie, v. 24, p.1115 (1979).MEDEIROS, F. F. P., SILVA, A. G. P., SOUZA, C. P., ***Synthesis of niobium carbide at low temperature and its use in hardmetal***. Power Technology, v. 126, p. 155-160, 2002.

MEDEIROS, F.F.P., et. al. ***The thermal decomposition of monohydrated ammonium oxotris (oxalate) niobate***. Brazilian Journal of Chemical Engineering, v. 23, p. 531-538, 2006.

MEHER, L. C.; DHARMAGADDA, V. S. S.; NAIK, S. N., ***Optimization of alkali-catalyzed transesterification of Pongamia pinnata oil for production of biodiesel***. Bioresource Technology. v. 97, p. 1392–1397, 2006.

Programa Nacional de Produção e Uso do Biodiesel. Disponível em: <<http://www.biodiesel.gov.br/>>Acesso em 03 de jun. 2016.

RESENDE, I. T. F. de, ***produção de biodiesel em planta de baixo custo utilizando óleo de gordura residual e aquecimento térmico solar***. 2015, 107 p. Dissertação de Mestrado, Universidade Tiradentes, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos, Aracaju-SE.

RUSCHEL, C. F. L.; HUANG, C. T.; SAMIOS, D.; FERRÃO, M. F. ***Análise exploratória aplicada a espectros de reflexão total atenuada no infravermelho com transformada de Fourier (ATR-FTIR) de blendas de biodiesel/diesel***. Química Nova, v. 37, p. 810-815, 2014.

SINGH, P. ***International Journal of Emerging trends in Engineering and Development***, v. 5, p. 239-248, 2013.

SORIANO, N. U. Jr.; VENDITTI, R.; ARGYROPOULOS, D. S., ***Biodiesel synthesis via homogeneous Lewis acid-catalyzed transesterification***. Fuel, v. 88, p. 560-565, 2009.

SU, T. T., ZHAI, Y. C., JIANG, H., GONG, H., ***Studies on the thermal decomposition kinetics and mechanism of ammonium niobium oxalate***, J. Therm Anal Calorim, v. 98,p.449-455,2009.



Agência Brasileira do ISBN  
ISBN 978-85-7247-194-7

