

# 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)**

134 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](http://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

<b>CAPÍTULO 1</b> .....	<b>1</b>
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>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.9541915031</b>	
<b>CAPÍTULO 2</b> .....	<b>12</b>
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>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.9541915032</b>	
<b>CAPÍTULO 3</b> .....	<b>24</b>
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>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.9541915033</b>	
<b>CAPÍTULO 4</b> .....	<b>32</b>
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>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.9541915034</b>	
<b>CAPÍTULO 5</b> .....	<b>45</b>
REUTILIZAÇÃO DO CATALISADOR DO TIPO MOO <sub>3</sub> /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>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.9541915035</b>	

**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**

<b>CAPÍTULO 17</b> .....	<b>164</b>
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>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.95419150317</b>	
<b>CAPÍTULO 18</b> .....	<b>172</b>
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>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.95419150318</b>	
<b>CAPÍTULO 19</b> .....	<b>180</b>
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>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.95419150319</b>	
<b>CAPÍTULO 20</b> .....	<b>191</b>
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>	
<b>DOI 10.22533/at.ed.95419150320</b>	
<b>SOBRE OS ORGANIZADORES</b> .....	<b>199</b>

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

### **Tiago Fernandes de 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 Química, Natal - Rio  
Grande do Norte

### **Angelinne Costa Alexandrino**

Universidade Federal do Rio Grande do Norte,  
Departamento de Engenharia Química, 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

### **Rayane Ricardo da Silva**

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

**RESUMO:** Este trabalho tem por finalidade avaliar o potencial catalítico de complexos oxalatos mistos de nióbio e tântalo produzidos a partir do mineral columbita/tantalita na produção de biodiesel via esterificação metílica do ácido oléico. Para tanto se utilizou metanol e ácido oleico numa razão molar de álcool:ácido igual a 3, em banho com temperatura controlada de 60 °C, 2% em massa de catalisador em relação a massa de ácido oleico utilizada, durante 2 horas

de reação sob agitação mecânica constante de 450 rpm. O catalisador utilizado foi um complexo oxalato misto de nióbio e tântalo obtido pela purificação seguida da complexação dos óxidos de nióbio e tântalo provenientes do mineral columbita/tantalita, o qual foi caracterizado por fluorescência de raios X (FRX), difração de raios X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR). Após a reação e completa separação do biocombustível produzido do catalisador utilizado foram realizadas análises titulométricas com NaOH para avaliar a conversão da reação por meio do índice de acidez das amostras. Verificou-se que o complexo misto de nióbio e tântalo apresentou certo potencial catalítico, gerando uma conversão em biodiesel da ordem 5%.

**PALAVRAS-CHAVE:** biodiesel, esterificação metílica, complexo oxalato misto, nióbio, tântalo.

**ABSTRACT:** This work aims to evaluate the catalytic potential of mixed oxalate complexes of niobium and tantalum produced from the columbite / tantalite mineral in the production of biodiesel via the methyl esterification of oleic acid. Therefore, methanol and oleic acid were used in a molar ratio of alcohol: acid equal to 3, in a bath with a controlled temperature of 60 ° C, 2% by mass of catalyst in relation to the mass of oleic acid used, during 2 hours of reaction under

mechanical stirring constant at 450 rpm. The catalyst used was a mixed oxalate complex of niobium and tantalum obtained by the purification followed by the complexation of niobium and tantalum oxides from the columbite / tantalite mineral, which was characterized by X-ray fluorescence (XRF), X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR). After reaction and complete separation of the biofuel produced from the catalyst used, titration tests with NaOH were carried out to evaluate the conversion of the reaction by means of the acid index of the samples. It was verified that the mixed complex of niobium and tantalum presented some catalytic potential, generating a biodiesel conversion of the order of 5%.

**KEYWORDS:** biofuel, methyl esterification, mixed oxalate complexes, niobium, tantalum.

## 1 | INTRODUÇÃO

Nos últimos séculos a matriz energética mudou consideravelmente, tornando-se dependente de uma fonte de energia que é sabido ser esgotável, porém versátil: os combustíveis fósseis (OLIVEIRA, 2014). Devido ao uso desenfreado de combustíveis fósseis nas mais diversas frentes tecnológicas desenvolvidas pelo homem aumentou-se consideravelmente os níveis de emissão de gases de efeito estufa, contribuindo para a progressão do aquecimento global (OLIVEIRA, 2014). Além disso, o uso excessivo em contraposição ao decréscimo na produção de petróleo leva a questões econômicas que implicam na necessidade de renovação da matriz energética mundial (BOYLE, 2004). Dessa forma, a produção de biocombustíveis como biodiesel e etanol tem se destacado mundialmente, já possuindo tecnologias bastante avançadas, mas que podem ser otimizadas e melhoradas para redução de custos e formação de produtos mais puros com menos geração de efluentes.

A Sociedade Americana de Testes e Materiais (ASTM) definiu biodiesel como um combustível constituído de ésteres de monoalquila de ácidos graxos de cadeias longas derivados de óleos vegetais ou gordura animal, que satisfaçam os requerimentos da norma ASTM D 6751. Sobre as possibilidades de biodiesel, Ma e Hanna (1999) citaram o uso *in natura* de óleos e gorduras, ou em mistura com o diesel, ou utilizado após tratamento térmico, ou após processo químico de transesterificação. A Resolução da ANP nº 14, de 11 de maio de 2012, porém, é mais restrita, definindo biodiesel como combustível composto de alquil ésteres de ácidos carboxílicos de cadeia longa, produzido a partir da transesterificação e/ou esterificação de matérias graxas, de gorduras de origem vegetal ou animal, e que atenda a especificações contidas no Regulamento Técnico da Resolução. Problemas na utilização direta dos óleos e gorduras relacionados à sua alta viscosidade, baixa volatilidade e seu caráter poliinsaturado, como incrustações e depósitos em motores, levaram a investigação e

implementação de processos de transesterificação e/ou esterificação que reduzissem a viscosidade das matérias-primas lipídicas permitindo seu uso em motores a diesel sem problemas operacionais (KNOTHE et al., 2006).

Quase a totalidades das usinas de produção de biodiesel no Brasil e no mundo utilizam a catálise homogênea com álcalis e ácidos fortes, o que ao fim do processo gera uma grande quantidade de efluentes, problema que precisa ser solucionado para que o biodiesel seja considerado uma fonte de energia realmente limpa. A catálise heterogênea tem sido bastante estudada e se mostrado promissora na solução desse impasse, uma vez que o catalisador sólido é facilmente removido por operações unitárias simples como filtração, centrifugação ou outro processo conveniente (OLIVEIRA, 2014), possuindo, portanto, a vantagem de recuperação e reutilização do catalisador, levando a processos mais limpos que possam competir industrial e economicamente com processos clássicos de obtenção do biodiesel (PINTO et al., 2005; DABDOUB E BRONZEL, 2009).

A reação de esterificação consiste na conversão de ácidos graxos oriundos de óleo vegetal ou gordura animal em alquil ésteres, diferenciando da reação de transesterificação por não apresentar como subproduto da reação o glicerol, mas sim água (KNOTHE et al., 2006).

Algumas aplicações com catalisadores heterogêneos já são citadas na literatura, como a utilização de pentóxido de nióbio hidratado ( $\text{Nb}_2\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) na produção de biodiesel a partir de ácidos graxos do óleo de dendê (DABBOUB E BRONZEL, 2009; HAGEN, 2006). As propriedades catalíticas do nióbio se apresentam quando utilizado tanto como fase ativa, como agente promotor ou ainda como suporte. Sua utilização em reações que envolvem catálise heterogênea promove tanto um ganho na atividade catalítica como um prolongamento na vida útil de catalisadores aos quais seja impregnado (TANABE, 2003).

Tanabe (2003) observou que os compostos de nióbio apresentam propriedades catalíticas úteis para a reação de esterificação de um ácido carboxílico e um álcool. Gonçalves, et al. (2011) estudaram a atividade catalítica do óxido de nióbio ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ) calcinado por 1h a 200°C em uma reação de esterificação do ácido oleico com álcool metílico. Xu, et al. (2008) avaliaram o óxido de tântalo na reação de esterificação do ácido láurico com etanol por três horas, obtendo conversões de até 40%.

## 2 | METODOLOGIA

Para produção do biodiesel foram utilizados como reagentes o ácido oleico e o metanol, e como catalisador da reação foi utilizado um complexo oxalato misto de nióbio e tântalo obtido a partir do mineral columbita/tantalita. O complexo misto de nióbio e tântalo foi obtido segundo metodologia de purificação e complexação dos óxidos de nióbio e tântalo utilizada por Barbosa (2013) em seu trabalho. O mineral foi inicialmente

fundido em cadinho de platina com bissulfato de potássio na proporção mássica igual a 7:1 de bissulfato e em seguida lixiviado em ácido clorídrico puro, a 70°C durante 8 horas de agitação para formação de cloretos solúveis dos elementos metálicos presentes no mineral. Após descanso de 15h o material foi lavado com solução de ácido acético e em seguida com água deionizada, ambos em ebulição, para eliminação dos íons  $\text{SO}_4^{2-}$  e  $\text{K}^+$ , bem como dos cloretos solubilizados e demais impurezas ainda presentes. Após secagem, o mineral purificado foi então hidratado por 100 min em 200 ml de água deionizada quente (65°C – 85°C) sob agitação, permanecendo em repouso por 24h para completa aglomeração e deposição das partículas. Por fim, o material foi complexado em uma solução de ácido oxálico ( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) e oxalato de amônio ( $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ ), na proporção molar de 1:3, a 80°C, sob agitação, até completa secagem do material, obtendo-se então o complexo utilizado neste trabalho.

## 2.1 Reação de esterificação metílica

O biodiesel foi obtido segundo metodologia utilizada por Oliveira (2014) e Aranda (2009) via esterificação metílica com razão molar de álcool/ácido igual a 3, durante 2 horas a 60°C, sob agitação mecânica de 450 rpm, utilizando-se 2% de catalisador em relação a massa de ácido oleico utilizada.

Após a reação o catalisador foi separado do biocombustível por centrifugação durante 10 minutos à 2500 rpm.

## 2.2 Análises de conversão

A análise da conversão foi feita por meio da medida do índice de ácido graxo livre para o biocombustível produzido e para a amostra original de ácido oleico. A medida do índice de acidez foi realizada conforme Metodologia Padrão Alemã para Análise de Gorduras e outros Lipídios, compilada por Esteves (1995), através de uma titulação ácido-base com solução de NaOH 0,25 M como solução titulante. Para uma massa conhecida de amostra foram adicionadas três gotas de solução de NaOH 0,1 M, 25 ml de álcool etílico e 1 ml de fenolftaleína. O índice de acidez foi então calculado por meio da Equação 1, onde M é a molaridade da solução padrão de NaOH (0,25 M),  $V_{\text{NaOH}}$  é o volume consumido da solução titulante, MM é a massa molar do ácido graxo e m<sub>massa</sub> é a massa, em gramas, da amostra analisada.

$$IA = \frac{M.V_{\text{NaOH}}.MM}{10.m_{\text{massa}}} \cdot 100 \quad (1)$$

A conversão foi estimada a partir do consumo de ácido graxo livre na amostra, conforme a Equação 2, onde  $IA_A$  é o índice de acidez na amostra sob análise e  $IA_B$  é o índice de acidez do ácido oleico.

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

### 3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Análises do catalisador

O mineral base utilizado para obtenção do complexo misto de Nb e Ta foi caracterizado por fluorescência de raios-X, bem como a mistura de óxidos obtida após o processo de purificação. Os resultados da análise mineralógica encontram-se na Tabela 1.

ÓXIDOS	NbO	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	SnO <sub>2</sub>
% inicial	46,13	23,98	11,58	5,65	11,74
% final	54,15	34,05	0,60	0,28	10,09

Tabela 1. FRX para o mineral bruto e purificado com HCl por 8h.

De acordo com os resultados de FRX, o processo de purificação do mineral com HCl foi eficiente no sentido de eliminar quase a totalidade do ferro e do manganês presentes inicialmente, mas mostrou-se ineficaz na eliminação da cassiterita (SnO<sub>2</sub>), sendo esta uma impureza negligenciada a apresentar-se no catalisador produzido.

Com o processo de complexação com ácido oxálico e oxalato de amônio obteve-se o complexo misto de Nb e Ta utilizado na catálise heterogênea do biodiesel no presente trabalho. O difratograma do material sintetizado está apresentado na Figura 1.

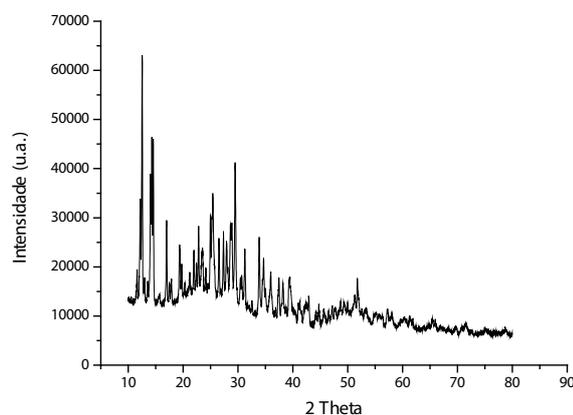


Figura 1. DRX do complexo oxalato misto.

O resultado do difratograma obtido para o complexo misto de Nb e Ta, mostrado na Figura 1, está de acordo com os difratogramas obtidos por Medeiros et al. (2006),

para o complexo oxalato de nióbio, e por Souza et al. (1999) para o complexo oxalato de Ta, mostrando os picos referentes às ligações do oxalato de amônio hidrogenado, às ligações orgânico-metálicas do Nb e do Ta, e ao residual de cassiterita ainda presente na amostra. Após 50° o material apresentou-se amorfo.

As micrografias do pó sintetizado, obtidas através do Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), estão dispostas na Figura 2. Pode-se observar que o complexo oxalato misto de Nb e Ta, sintetizado a partir do mineral columbita/tantalita, apresenta aspecto físico de partículas pouco uniformes, formadas por aglomerados, de porosidade não muito definida, característica também citada por Barbosa (2013).

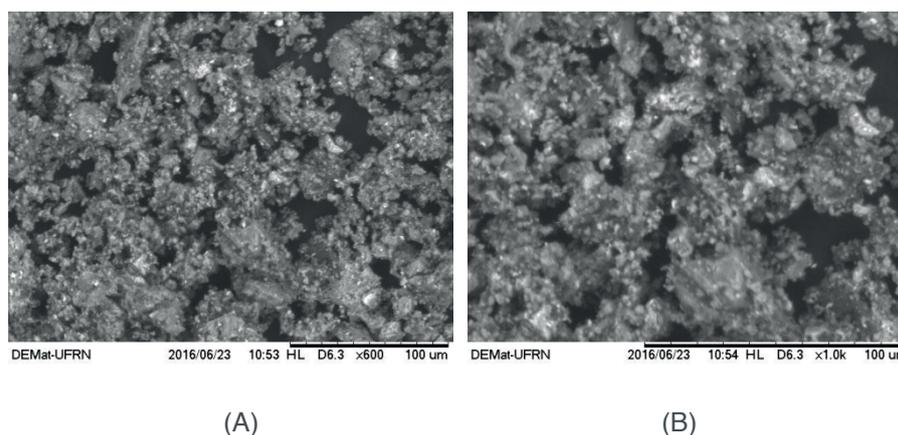


Figura 2. MEV do complexo oxalato misto aumentada em (A) 600x e (B) 1000x.

A fim de analisar as interações existentes para comprovar a formação do complexo foi realizada análise de espectroscopia de infravermelho por transformada de fourier (FTIR), cujo gráfico de absorbância está mostrado na Figura 4.

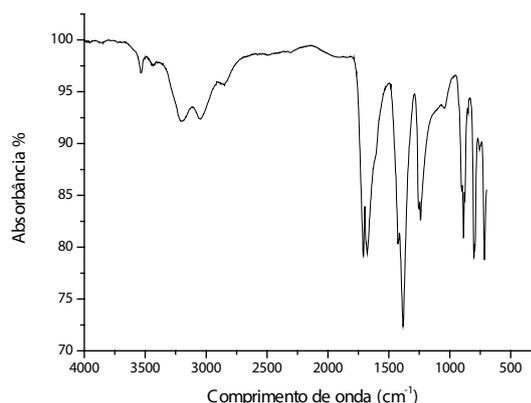


Figura 3. Espectros de infravermelho para o complexo oxalato misto

Na Figura 3 observa-se o espectro de absorção na região do infravermelho para o precursor oxálico. Segundo Barbosa (2013), que também produziu o complexo de Nb e Ta, a banda na região de 3500  $\text{cm}^{-1}$  surge em decorrência da presença de amônia na molécula. A região de 3442  $\text{cm}^{-1}$  a 2850  $\text{cm}^{-1}$  que corresponde às vibrações de

estiramento  $\nu(\text{OH})$  da água de hidratação. As bandas apresentadas na região de  $1750\text{ cm}^{-1}$  a  $1550\text{ cm}^{-1}$  referem-se aos grupos oxalatos coordenados ao nióbio e ao tântalo. Por ser um ligante quelado bidentado (COTTON e WILKINSON, 1982), o íon oxalato ele pode formar diferentes complexos com o nióbio e o tântalo, dependendo das condições de sua síntese. Neste caso ocorreu a hidratação dos óxidos, possibilitando a interação química do íon oxalato com o nióbio e o tântalo, que também se apresentam em coordenação com o oxigênio.

Na região de  $793\text{ cm}^{-1}$ , os modos de estiramento simétrico e assimétrico, observados em  $1900 - 2800\text{ cm}^{-1}$ , correspondem aos modos vibracionais do grupo oxalato. A banda em torno de  $1400\text{ cm}^{-1}$  é característica do estiramento simétrico do grupo carboxílico. Na região de  $1280\text{ cm}^{-1}$ , a banda corresponde aos grupos iônicos  $\text{C-CO}_2^-$ , o que acentua as coordenações dos grupos carboxílicos ao nióbio e tântalo. Duas bandas aproximadas em  $690$  e  $890\text{ cm}^{-1}$  são também observadas, podendo ser atribuídas a coordenação entre os íons metálicos de nióbio e tântalo com os sítios do íon oxalato formando o cluster metálico Nb-Ta do complexo misto.

### 3.2 Análise do biodiesel

Para analisar a conversão do biodiesel foi utilizada a medida do índice de acidez por meio de titulação ácido-base com NaOH como agente titulante. Para a reação com ácido oleico e metanol, a  $60^\circ\text{C}$  durante um período de tempo reacional de 120 minutos foi obtida uma conversão de aproximadamente 5% de ácidos graxos livres em ésteres metílicos.

Foi realizada ainda a técnica de espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) no biocombustível produzido a fim de verificar a formação do oleato de metila. O espectro de absorção para o biodiesel é mostrado na Figura 4.

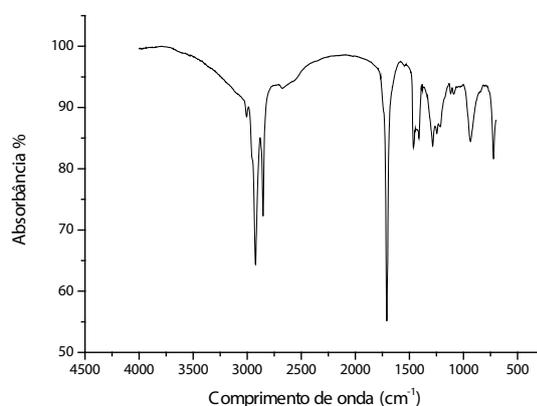


Figura 4. Espectros de infravermelho para o biodiesel

De acordo com o espectro de infravermelho as bandas principais são observadas em:  $1750\text{ cm}^{-1}$ , referente ao estiramento da carbonila do éster, o que, segundo Ruschel

et al. (2014) caracteriza a formação do biodiesel. Por tratar-se de uma reação de esterificação, na qual se parte de um ácido graxo e um álcool para formação de um éster, é possível dizer então que houve formação do éster oleato de metila durante o processo. Picos identificados na região de  $1200\text{ cm}^{-1}$  estão relacionados à deformação axial da ligação  $\text{CC}(=\text{O})\text{-O}$  do éster, e em  $1183\text{ cm}^{-1}$  à deformação axial assimétrica da ligação  $\text{O-C-C}$ .

## 4 | CONCLUSÕES

Pode-se concluir que o complexo oxalato misto de Nb e Ta utilizado como catalisador na produção de biodiesel via esterificação metálica apresentou baixo potencial catalítico, uma vez que gerou uma conversão de apenas 5%. Outros fatores, como tempo de reação, quantidade de catalisador e razão álcool/ácido necessitam ser mais bem estudados para que se possa avaliar a produção de biodiesel por esta rota.

## REFERÊNCIAS

BARBOSA, C. M. **Síntese e caracterização do carbeto misto de nióbio e tântalo nanoestruturado a partir da columbita ((Fe, Mn) (Nb, Ta) $2\text{O}_6$ )**. 73 f. 2013. Dissertação (Mestrado – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte). Natal, 2013.

BOYLE, G. **Renewable Energy: Power for a Sustainable Future**. New York: Oxford University Press Inc., 2004. 452 p. ISBN 0-19-926178-4.

COTTON, F.A; WILKINSON, G. **Química inorgânica**. São Paulo: LCT, 1982. p.118.

DABDOUB, M. J.; BRONZEL, J. L. **Biodiesel: visão crítica do status atual e perspectivas na academia e na indústria**. Química Nova, v. 32, n. 3, 2009. 776-792.

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

GONÇALVEZ, J. D. A. et al. **Niobium oxide solid catalyst: esterification of fatty acids and modeling for biodiesel production**. Journal of Physical Organic Chemistry, v. 24, 2011. 54-64.

HAGEN, J. **Industrial Catalysis – A Practical Approach**. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2006.

KNOTH, G.; GERPEN, J. V.; KRAHL, J.; RAMOS, L. P. **Manual de Biodiesel**. Tradução de Luiz Pereira Ramos. São Paulo: Edgard Blücher, 2006.

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

MEDEIROS, F. F. P.; MOURA, M. F. V.; SILVA, A. G. P.; SOUZA, K. K. P.; GOMES, U. U. **The thermal decomposition of monohydrated ammonium oxotris(oxalate)niobate**. Brazilian Journal of Chemical Engineering. v. 23, n. 4, p.531-538, 2006.

PINTO, A. C. **Biodiesel: an overview**. Journal of Brazilian Chemical Society, v. 16, p. 1313-1330,

2005.

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, n. 5, p. 810-815, 2014.

SOUZA, C. P.; FAVOTTO, C., SATRE, P.; HONORÉ, A. L.; ROUBIN, M. **Preparation of tantalum carbide from an organometallic precursor.** Brazilian Journal of Chemical Engineering. v. 16, n. 1, 1999.

TANABE, .K. **Catalytic application of niobium compunds.** Catalysis Today, v. 78, 2003. 65-77.

XU, L.; YANG, X.; YU, X.; GUO, Y.; MAYNURKADER, **Preparation of mesoporous polyoxometalate–tantalum pentoxide composite catalyst for efficient esterification of fatty acid,** Catalysis Communications, 2008, 9, 1607–1611.

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

