



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE**  
**CENTRO DE EDUCAÇÃO E SAÚDE**  
**UNIDADE ACADÊMICA DE EDUCAÇÃO**  
**CURSO DE LICENCIATURA EM QUÍMICA**

**AVALIAÇÃO DO CATALISADOR MCM-41Ni NA PRODUÇÃO DE  
BIODIESEL DE PINHÃO-MANSO**

**MARIA VERONILDA MACEDO SOUTO**

CUITÉ – PB

JUNHO/2011

**MARIA VERONILDA MACEDO SOUTO**

**AVALIAÇÃO DO CATALISADOR MCM-41Ni NA PRODUÇÃO DE  
BIODIESEL DE PINHÃO-MANSO**

Monografia apresentada ao Curso de  
Licenciatura em Química da  
Universidade Federal Campina  
Grande, Campus Cuité, a fim de  
obter aprovação no grau de  
Licenciatura em Química.

**1ª Orientadora:** Profa. Dra. Marta Maria da Conceição

**2ª Orientadora:** Profa. Dra. Maria Wilma N. C. Carvalho

CUITÉ – PB  
2011



FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA NA FONTE  
Responsabilidade Jesiel Ferreira Gomes – CRB 15 – 256

S728a Souto, Maria Veronilda Macêdo.

Avaliação do catalisador MCM-41Ni na produção de biodiesel de pinhão-manso. / Maria Veronilda Macedo Souto – Cuité: CES, 2011.

56 fl.

Monografia (Curso de Licenciatura em Química) – Centro de Educação e Saúde / UFPG, 2011.

Orientadora: Dra. Marta Maria da Conceição.

Co-orientadora: Dra. Maria Wilma N. C. Carvalho.

1. Biodiesel – pinhão-manso. 2. Catalisador heterogêneo.  
3. MICM – 41Ni. I. Título.

CDU 665.75

MARIA VERONILDA MACEDO SOUTO

**AVALIAÇÃO DO CATALISADOR MCM-41Ni NA PRODUÇÃO DE  
BIODIESEL DE PINHÃO-MANSO**

Monografia apresentada ao Curso de Química, para obtenção do grau de Licenciatura  
em Química.

Aprovada em \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_

BANCA EXAMINADORA



---

Profª Dra. Marta Maria da Conceição (1ª Orientadora)

UFCG / CES

---

Profª Dra. Maria Wilma N. C. Carvalho (2ª Orientadora)

UFCG / CCT

---

Profª Dra. Roberlúcia Araújo Candeia

UFCG/ETSC

---

Prof. Dr. Luciano Leal Morais Sales

UFCG/CFP

## DEDICATÓRIA

*Dedico este trabalho ao meu*

*Querido e amado esposo pela compreensão.*

*Aos meus pais pelo apoio em todos os  
instantes.*

*A Deus pelo amor incondicional e pela capacidade a mim concedida.*

## AGRADECIMENTOS

A Deus, pela força que me deu durante todo o curso.

A meu esposo Inaldo pelo carinho e compreensão.

A meus pais, que muito me apoiaram em todos os momentos de minha vida.

A meus irmão queridos que sempre acreditaram em mim.

As minhas cunhadas amigas e companheiras em especial a Lenira a qual mim apóia incondicionalmente e sempre tem uma palavra de alto estima meu muito obrigado.

Aos colegas de classe.

As minhas amigas queridas Jucilene e Maria José, companheiras de longas noites de estudo.

A todos os professores do curso de Química que proporcionaram momentos enriquecedores para minha formação durante todo curso.

A professora Marta Maria por ter acreditado em mim e pela orientação desse trabalho.

A professora Wilma e ao Adriano Santana pelo apoio durante a realização das pesquisas.

Ao CNPq pela bolsa de pesquisa concedida.



## RESUMO

Atualmente incentiva-se o desenvolvimento de novas tecnologias para substituir os combustíveis fósseis. Neste sentido o biodiesel surge como alternativa para substituir o diesel, pois é derivado de óleos vegetais ou gorduras animais, podendo ser obtido através da reação de transesterificação. A catálise heterogênea é uma alternativa potencial para a produção do biodiesel, pois o catalisador pode ser reutilizado. As peneiras moleculares do tipo MCM-41 tem uma estrutura hexagonal de alta porosidade o que lhe confere características essenciais para a catálise heterogênea. Este trabalho objetivou avaliar o catalisador MCM-41Ni na obtenção do biodiesel etílico de pinhão-mansão. O suporte foi sintetizado utilizando-se baixas concentrações de surfactante, à temperatura ambiente, o que torna essa metodologia simples e economicamente interessante. O material obtido foi caracterizado através das técnicas de Difração de raios-X e Microscopia eletrônica de varredura comprovando a formação da fase hexagonal. O biodiesel de pinhão-mansão foi sintetizado na rota etílica utilizando o catalisador MCM-41Ni, em seguida foi caracterizado através de índice de acidez e cromatografia em fase gasosa, cujos resultados indicaram índice de acidez dentro das normas da ANP e maior conversão para o MCM-41Ni2% com teor de ésteres de 28 %. Desta forma sugere-se que o catalisador MCM-41Ni não é interessante para a síntese do biodiesel etílico de pinhão-mansão nas condições citadas. Testes com outros metais foram iniciados e indicaram maiores conversões.

**Palavras chave:** Biodiesel de pinhão-mansão, catalisador heterogêneo, MCM-41Ni



## ABSTRACT

Currently applicants are encouraged to develop new technologies to replace fossil fuels. In this sense, the biodiesel is an alternative to replace diesel as it is derived from vegetable oils or animal fats, it can be obtained through the transesterification reaction. The heterogeneous catalysis is a potential alternative to biodiesel production because the catalyser can be reused. The molecular sieve of types MCM-41 has hexagonal structure of high porosity which give you essential characteristics for heterogeneous catalysis. This work aimed evaluates the catalyser MCM-41Ni in producing of the *Jatropha Curcas* ethyl biodiesel. Support has been synthesized applying a low concentration of surfactant, at environment temperature, what it makes this method simple and economically attractive. The material was characterized by X-ray diffraction and scanning electronic microscopy confirming the hexagonal phase. The *Jatropha Curcas* biodiesel was synthesized in ethylic route using the catalyser MCM-41Ni, afterwards, it was characterised by acidity index and gas chromatograph, which results show acidity in the norms of ANP and the higher conversion for MCM-41Ni2% with ester contents of 28 %. Thus it is suggested that the MCM-41Ni catalyst is not interesting for the synthesis of *Jatropha Curcas* ethyl biodiesel in these conditions. Tests were initiated with other metals and indicated higher conversions.

**Keywords:** *Jatropha Curcas* biodiesel, heterogeneous catalyst, MCM-41Ni



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Ciclo de vida do biocombustível	17
Figura 2: Estrutura típica de um triglicerídeo	19
Figura 3: Pinhão manso	20
Figura 4: Semente de pinhão manso.	21
Figura 5: Reação de transesterificação	23
Figura 6. Representação esquemática da estrutura da MCM- 41	26
Figura 7: Poros hexagonais do MCM-41	26
Figura 8: Síntese do MCM-41	28
Figura 9: Fluxograma da síntese do MCM-41	28
Figura10: Mecanismo de formação da MCM-41	29
Figura 11: Impregnação do MCM-41 com Níquel	30
Figura 12: Calcinação do MCM-41	30
Figura 13: Fluxograma da extração do óleo de pinhão manso	31
Figura 14: Processo de decantação do biodiesel	33
Figura 15: Processo de lavagem do biodiesel	34
Figura 16: Difratoograma de Raios-X da MCM-41	35
Figura 17: Difratoograma de Raios-X do suporte MCM-41Ni (2, 5, 10%) 1-90°	36
Figura 18: Micrografia da MCM-41	37
Figura 19: Micrografia da MCM-41Ni2%	38
Figura 20 Micrografia da MCM-41Ni5%	39
Figura 21: Micrografia da MCM-41Ni10%	40

Figura 22: Extração do óleo	41
Figura 23: Degomagem do óleo	42
Figura 24: Espectro infravermelho do biodiesel obtido com a MCM-41	45
Figura 25: Espectro infravermelho do biodiesel obtido com a NiMCM-41	45

UNIVERSIDADE

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Principais ácidos graxos presentes em gorduras e óleos	19
Tabela 2: Composição química do óleo de pinhão manso	22
Tabela 3: Índice de acidez do óleo de pinhão manso	42
Tabela 4: Rendimento do biodiesel de pinhão manso	43
Tabela 5: Índice de acidez do biodiesel de pinhão manso	43
Tabela 6: Principais absorções de biodiesel de pinhão manso obtido com a MCM-41	44
Tabela 7: Conversão de éster do biodiesel obtido com a MCM-41	46
Tabela 8: Conversão de éster do biodiesel obtido com o MCM-41Ni2%	46
Tabela 9: Conversão de éster do biodiesel obtido com o MCM-41Ni5%	47
Tabela 10: Conversão de éster do biodiesel obtido com o MCM-41Ni10%	47



## Sumário

<b>LISTA DE FIGURAS.....</b>	<b>.....</b>
<b>LISTA DE TABELAS.....</b>	<b>.....</b>
<b>1. INTRODUÇÃO.....</b>	<b>13</b>
<b>2.OBJETIVOS.....</b>	<b>14</b>
2.1 Objetivo geral .....	14
2.2 Objetivos específicos .....	14
<b>3. REVISÃO DA LITERATURA.....</b>	<b>14</b>
3.1 Bicombustíveis .....	14
3.2 Biodiesel .....	15
3.3 Vantagens e desvantagens do biodiesel .....	15
3.4 Matéria prima para a produção do biodiesel .....	18
3.5 Óleos e gorduras .....	18
3.6 Pinhão manso.....	20
3.7 Óleo do Pinhão manso .....	22
3.8 Obtenção do biodiesel.....	22
3.8.1 Transesterificação.....	23
3.8.2 Catálise.....	23
3.8.3 Catálise homogênea.....	24
3.8.4 Catálise heterogênea.....	24
3.9. Peneiras moleculares mesoporosa MCM-41.....	25
<b>4. MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>27</b>
4.1 Síntese da MCM-41 .....	27
4.2 Calcinação do MCM-41 .....	29
4.3 Impregnações do MCM-41 com Níquel.....	29
4.4 Caracterização da MCM-41.....	30
4.5 Extração e caracterização do óleo.....	31
4.5.1 Processo de degomagem do óleo.....	32
4.5.2 Neutralização do óleo.....	32

4.5.3 Índice de acidez .....	32
4.6 Síntese e caracterização do Biodiesel.....	33
4.6.1 Rendimento .....	34
4.6.2 Caracterização do biodiesel .....	34
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>35</b>
5.1 Difratoograma de Raios-X da MCM-41 .....	35
5.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) do MCM-41 .....	36
5.3 Caracterização do Óleo de pinhão-manso.....	41
5.4 Rendimento do biodiesel de pinhão-manso.....	43
5.5 Índice de acidez do biodiesel de pinhão-manso.....	43
5.6 Caracterização do biodiesel por Infravermelho.....	44
5.7 Caracterização do biodiesel por Cromatografia Gasosa.....	46
<b>6. CONCLUSÕES.....</b>	<b>47</b>
<b>7. REFERÊNCIAS.....</b>	<b>49</b>



## 1. INTRODUÇÃO

Atualmente, a maior parte da energia consumida no mundo é proveniente do petróleo e de seus derivados, por isso há uma grande preocupação com sua escassez devido ao alto consumo e sua impossibilidade de renovação. Dessa forma, com a expectativa futura de esgotamento existe um grande incentivo para o desenvolvimento de novas tecnologias que permitam a utilização de fontes de energia renováveis capazes de substituir os recursos fósseis. Além disso, existe uma grande preocupação com o meio ambiente, pois o uso desenfreado dos combustíveis fósseis provoca o aquecimento global, uma vez que elementos provenientes de sua queima são vistos como vilões causadores do efeito estufa.

Em meio a essa busca surge o biodiesel, uma nova fonte de energia renovável, que pode substituir o diesel, como também reduz em grande escala a emissão dos gases que provocam a poluição ambiental.

Essa nova fonte de energia tem como matéria prima óleos vegetais, tais como: óleos de soja, babaçu, oiticica, pinhão manso, dendê, mamona e canola; gorduras animais, tais como: sebo bovino e óleo de peixe e óleos e gorduras residuais, tais como: esgotos e águas residuais.

Para se obter o biodiesel através de óleos e gorduras podem ser utilizados os processos de transesterificação e esterificação. Porém, a transesterificação tem sido mais utilizada, visto que é um processo relativamente simples, obtendo-se como produto principal, ésteres alquílicos (biodiesel) e o glicerol, podendo ser realizada através da catálise homogênea ou heterogênea.

Na catálise homogênea são utilizados geralmente hidróxidos, que se dissolvem com o álcool na produção do biodiesel, já na catálise heterogênea, os catalisadores mais utilizados são as peneiras moleculares que podem ser recuperados e reutilizados na produção do biodiesel, passando por um processo de ativação ou não.

Sendo assim, este trabalho visa avaliar a eficiência da peneira molecular MCM-41Ni como catalisador na síntese do biodiesel etílico de pinhão manso.

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo Geral**

O objetivo geral foi avaliar o catalisador MCM-41Ni na obtenção do biodiesel etílico de pinhão manso.

### **2.2 Objetivos específicos**

- Sintetizar o suporte MCM-41;
- Impregnar o suporte MCM-41 com o Níquel com diferentes porcentagens de impregnação (2, 5 e 10 %);
- Caracterizar o catalisador através das técnicas de Difração de raios-X e Microscopia Eletrônica de Varredura;
- Sintetizar o biodiesel etílico de pinhão-manso;
- Determinar o rendimento da síntese do biodiesel;
- Verificar a eficiência do catalisador na síntese do biodiesel através do grau de conversão e caracterização por técnicas Espectroscópicas e Cromatográficas.

## **3. REVISÃO DA LITERATURA**

### **3.1 Biocombustíveis**

Os biocombustíveis são fontes de energia renováveis, derivados de oleaginosas, biomassa florestal, cana-de-açúcar e outras matérias orgânicas. Constituem-se em um tema muito importante nas discussões da matriz energética mundial. Sendo assim, merecem uma análise criteriosa, abordando aspectos positivos e negativos (BRASILESCOLA, 2010).

Especialistas afirmam que a utilização do biocombustível oferece uma série de vantagens: emite menos gases poluentes durante a combustão, contribui para a geração



de emprego na zona rural e reduz a dependência de fontes de origem fóssil (BRASILESCOLA, 2010).

Atualmente existem vários tipos de biocombustíveis: etanol, biodiesel, biogás, biometanol, destacando-se o biodiesel (SUAPESQUISA, 2011).

### **3.2 Biodiesel**

O biodiesel é um combustível natural usado em motores diesel, sendo produzido através de fontes renováveis, que atende as especificações da Agência Nacional de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP). Esta o define, através da Lei 11.097 de 13/01/1997, como “Biocombustível derivado de biomassa renovável para uso em motores a combustão interna com ignição por compressão, ou conforme regulamento, para outro tipo de geração de energia, que possa substituir parcial ou totalmente os combustíveis de origem fóssil”.

Segundo SILVA 2007, quimicamente o biodiesel pode ser definido como um combustível alternativo formado por ésteres alquílicos de ácidos carboxílicos de cadeias longas proveniente de fontes renováveis como óleos vegetais ou gorduras animais, que podem ser usado diretamente em motores de ciclo diesel.

O biodiesel é obtido comumente a partir da reação de óleos ou gorduras, com um álcool na presença de um catalisador, podendo substituir total ou parcialmente o óleo diesel em motores ciclo diesel automotivos (caminhões, tratores, automóveis) ou estacionários (geradores de eletricidade), podendo ser utilizado puro ou misturado ao diesel em diversas proporções. Atualmente nos postos combustíveis em todo o Brasil é vendido o diesel com 5% de biodiesel.

### **3.3 Vantagens e desvantagens do biodiesel**

Em relação ao diesel o biodiesel apresenta algumas vantagens, entre elas destacam-se: alto número de cetano; alto ponto de fulgor; menor emissão de material particulado, redução da emissão de monóxido de carbono e dióxido de carbono (redução

UNIVERSIDADE  
FACULDADE DE ENGENHARIA



de 78%), caráter não tóxico; biodegradabilidade; além de ser isento de enxofre e de compostos aromáticos (HAAS *et al.*, 2001; KRAWCZYK, 1996).

Outras vantagens que podem ser observadas no biodiesel como combustível alternativo são:

- Boa lubricidade aumentando a vida útil do motor;
- Pode ser utilizado em motores a diesel sem alteração, como também, ser usado puro ou misturado com o diesel;
- Utilização de recursos locais para produzi-lo utilizando recursos, reduzindo a dependência em termos de importação de combustíveis e contribuindo para geração de empregos no setor primário (SILVA, 2007).

Em relação ao aspecto ambiental o biodiesel pouco interfere no ciclo biogeoquímico do carbono, pois o carbono emitido para a atmosfera, durante sua queima na forma de dióxido de carbono volta a se fixar novamente no vegetal durante o seu crescimento pelo processo de fotossíntese. O balanço de carbono é igual a zero para atmosfera e, portanto, deixa-se de poluir o ambiente (CARDOSO *et al.*, 2008).

O ciclo de vida dos biocombustíveis obedece ao esquema da Figura 1.



**Figura 1 - Ciclo de vida do biocombustível**

**Fonte:** <http://www.google.com.br/imgres>

Entretanto, o biodiesel apresenta algumas desvantagens frente ao óleo diesel:

- O biodiesel tem o preço mais elevado.
- Maior emissão de gases nitrogenados (NO<sub>x</sub>).
- Menor estabilidade oxidativa, decorrente das ligações insaturadas existentes nas cadeias carbônicas provenientes dos ácidos graxos;
- Maior ponto de névoa, ou seja, maior temperatura inicial de cristalização do óleo, propriedade que esta relacionada à fluidez do óleo e implica negativamente no funcionamento no filtro de combustível, bem como no sistema de alimentação do motor quando o mesmo é acionado sob baixas temperaturas.
- Menor poder calorífico, ou seja, menor quantidade de energia desenvolvida por unidade de massa pelo biodiesel quando queimado (SILVA, 2005).

### 3.4 Matéria prima para produção do biodiesel

O biodiesel possui uma variedade de matérias primas para sua produção, tais como:

- *Óleos vegetais* – Todos os óleos vegetais podem ser considerados matéria prima para a produção de biodiesel, entre eles: óleos de soja, babaçu, oiticica, pinhão manso, mamona, canola, pequi, etc (SILVA,2005, *apud* CANDEIA, 2008).
- *Gorduras animais* – Possuem estrutura química semelhante aos óleos vegetais, sendo moléculas triacilglicerídicas de ácidos graxos, a diferença está na distribuição dos ácidos graxo combinados com glicerol (CANDEIA, 2008). As gorduras animais que podem ser utilizadas na produção do biodiesel são: sebo bovino, óleos de peixe, dentre outras.
- *Óleos e gorduras residuais* – Os óleos residuais podem ser extraídos de processos residuais e industriais como: lanchonetes, restaurantes, etc.

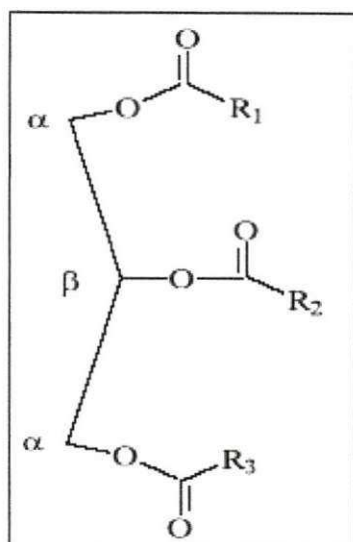
### 3.5 Óleos e gorduras

Os óleos e gorduras são substâncias insolúveis em água, de origem animal ou vegetal, formada predominantemente de produtos de condensação entre o glicerol e ácidos graxos chamados de triacilglicerídeos (MORETTO, 1998).

Os triacilglicerídeos são compostos insolúveis em água e temperatura ambiente, possuem uma consistência de líquido para sólido. Quando estão sob forma sólida são chamados de gorduras e sob forma líquida são chamados de óleos (REDA, 2007).

Segundo Moretto (1998), a diferença entre óleos e gorduras, à temperatura ambiente, está na proporção de grupos acilas saturados e insaturados presentes nos triacilglicerídeos. Já que os ácidos graxos representam mais de 95% da massa molar dos seus triacilgliceróis, os quais apresentam o ponto de fusão alto quando constituídos de ácidos graxos saturados e mais baixo quando constituído por ácidos graxos insaturados. A Figura 2 representa a estrutura molecular de um triacilglicerídeo.





**Figura 2** - Estrutura típica de um triacilglicerídeo

**Fonte:** REDA, 2007

Além dos triacilglicerídeos, os óleos contêm vários componentes em menor proporção como mono e diglicerídeos (importantes como emulsionantes); ácidos graxos livres; proteínas, entre outros (REDA, 2007).

Os principais ácidos graxos presentes em gorduras e óleos estão representados na Tabela 1.

Tabela 1- Principais ácidos graxos presentes em gorduras e óleos

Ácidos graxos	Fórmula	Nomenclatura IUPAC	PF °C	PE °C
<b>Ácidos graxos saturados</b>				
Láurico	C <sub>12</sub> H <sub>24</sub> O <sub>2</sub>	Dodecanóico	45,0	262
Mirístico	C <sub>14</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub>	Tetradecanóico	54,0	295
Palmitico	C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	Hexadecanóico	63,0	338
Esteárico	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	Octadecanóico	70,0	352
<b>Ácidos graxos insaturados</b>				
Oleico	C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	Cis-9-Octadecenóico	4,0	360
Linoleico	C <sub>18</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub>	Cis-9,cis-12-Octadecadienóico	-5,0	366

**Fonte:** adaptado por Souto, 2011

BIBLIOTECA

### 3.6 Pinhão manso

O pinhão manso (*Jatropha curcas* L.) é uma oleaginosa que pertence à família das Euforbiáceas, a mesma da mamona e da mandioca, pode ser cultivado em áreas de solos pouco férteis e de clima desfavorável à maioria das culturas alimentares tradicionais, como por exemplo, no semi-árido nordestino (PENHA et. El, 2009).

É um arbusto bastante resistente à seca e pouco susceptível a pragas e doenças, podendo atingir mais de três metros de altura em condições especiais (Figura 3). O diâmetro do tronco é de aproximadamente 20 cm; possui raízes curtas e pouco ramificadas, caule liso, de lenho mole e medula desenvolvida, mas pouco resistente (ARRUDA, 2004).



**Figura 3** - Pinhão Manso

**Fonte:** ARAÚJO, 2006.

O fruto é capsular ovóide com diâmetro de 1,5 a 3,0 cm. É trilocular com uma semente em cada cavidade, formado por um pericarpo ou casca dura e lenhosa, indeiscente, inicialmente verde, passando a amarelo, castanho e por fim preto, quando atinge o estágio de maturação (ARRUDA, 2004).

A semente é relativamente grande, quando secas medem de 1,5 a 2 cm de comprimento e 1,0 a 1,3 cm de largura; tegumento rijo, quebradiço, de fratura resinosa (ARRUDA, 2004). O início de sua germinação dá-se com a absorção de água pela

semente e termina com o início do alongamento de eixo embrionário, sendo que a temperatura, a umidade do substrato e a luz, são os principais fatores que influenciam a germinação das sementes. As Figuras 4a e 4b ilustram a semente do pinhão manso, com e sem casca, respectivamente.



**Figura 4** - Semente de pinhão manso.

**Fonte:** Dados pessoais

O substrato influencia na germinação dessa planta devido suas características, tais como: estrutura, grau de aeração, capacidade de retenção de água e grau de infestação de patógenos, porém, essas características podem variar de acordo com o tipo de material utilizado. Por isso a escolha do substrato deve ser feita considerando o tamanho da semente, não devendo ser umedecido para evitar que a película de água envolva completamente a semente, restringindo a entrada e absorção do oxigênio.

O pinhão manso é uma planta produtora de óleo, com qualidades necessárias para ser transformado em combustível. O manejo agrícola está sendo estudado, com essa possibilidade abrem-se perspectivas para o crescimento das áreas de plantio desta cultura no semi-árido nordestino.

Uma das principais vantagens do pinhão manso é o seu longo ciclo produtivo que pode chegar a 40 anos e manter a média de produtividade de 2 ton/ha (AZEVEDO, 2006, *apud* MELO, 2008).

O pinhão manso é uma planta rústica, perene, adaptável a uma vasta gama de ambientes e condições edafoclimáticas, ou seja, tipos de solo e clima, e tolerantes à seca (GOMES, 2007). Também contribui para a conservação do solo e reduz o custo de

produção, fator importante para sua viabilidade econômica, especialmente na agricultura familiar, uma vez que este pode representar uma excelente fonte de renda.

### 3.7 Óleo de Pinhão manso

Estudos realizados por Figueiredo, 2007 mostraram que óleo de pinhão-manso é formado basicamente por carbonilados alifáticos. Segundo ARAÚJO este óleo apresenta um percentual de ácido linoléico (C18:1) menor que o ácido oléico (C16:1). FERRARE 2009, afirmou em sua pesquisa que os ácidos graxos predominantes no óleo de *Jatropha curca* são os monoinsaturados com 45,4%, seguido dos poliinsaturados com 33% e os saturados com 21,6%, sendo os majoritários os ácidos oléico, linoléico, palmítico e esteárico.

Para uma melhor qualidade do biodiesel o óleo bruto deve passar por um processo de degomagem. A Tabela 2 apresenta a composição química do óleo após degomagem.

Tabela 2 - Composição química do óleo de pinhão manso degomado

Composição de Ácidos Graxos	Porcentagem
Palmítico (C16:0)	14,1
Esteárico (C18:0)	2,4
Oléico (C18:1)	43,0
Linoléico (C18:2)	39,6
Alfa-linoléico (C18:3)	0,7

Fonte: OLIVEIRA, 2010

### 3.8 Obtenção do biodiesel

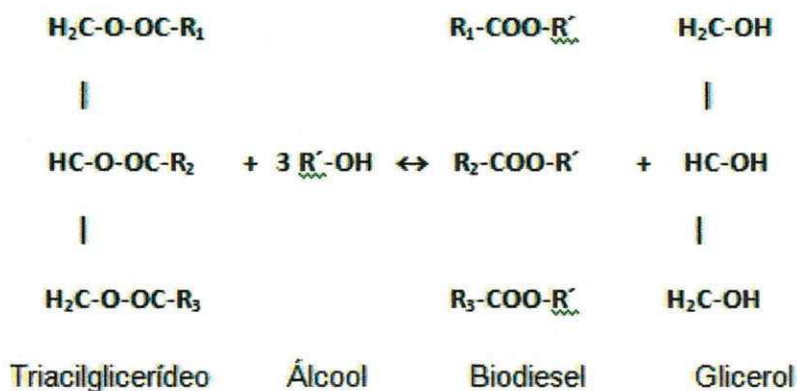
Existem diversos processos para produção de biodiesel tais como: esterificação e transesterificação (MA & HANNA, 1999). Destes, o mais utilizado é o processo de transesterificação.

### 3.8.1 Transesterificação

A transesterificação é a reação, onde o óleo vegetal reage com um álcool na presença de um catalisador, formando um éster (éster monoalquilado de ácidos graxos de cadeia longa), o biodiesel. Nesse processo os triacilglicerídeos são convertidos a diacilglicerídeos, onde estes por sua vez são convertidos a monoacilglicerídeos, e então a glicerol (Figura 5), cada etapa produz uma molécula de éster de ácido graxo. Caso a reação seja incompleta, então haverá tri, di e monoacilglicerídeos na mistura reacional.

Na conversão do óleo vegetal em biodiesel, a glicerina presente no óleo vegetal cerca de 12-15%, é substituída pelo álcool, reduzindo a viscosidade do óleo. Na prática é sempre utilizado o excesso de álcool de modo a aumentar o rendimento em ésteres e permitir a separação do glicerol formado.

A reação de transesterificação ocorre da seguinte forma:



**Figura 5** - Reação de transesterificação

A transesterificação pode ser realizada com catalisadores básicos ou ácidos.

### 3.8.2 Catálise

Catálise é o processo no qual a velocidade de uma reação química é aumentada através de uma substância química conhecida como catalisador. Ao contrário dos reagentes que participam da reação química, o catalisador não é consumido pela reação em si, e ao final do mecanismo ele é regenerado.

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO



Segundo Marques, 2008 a IUPAC defini a catálise como um fenômeno no qual uma quantidade relativamente pequena de uma substância, chamada catalisador aumenta a velocidade de uma reação química sem que ela própria seja consumida nessa reação.

O catalisador pode participar em várias transformações químicas, os que aumentam a velocidade da reação são chamados catalisadores positivos e os que retardam a reação são chamados catalisadores negativos ou inibidores. As substâncias que aumentam a atividade dos catalisadores são chamadas de promotores e substâncias que desativam os catalisadores são chamados venenos catalíticos.

Catalisadores não alteram a extensão de uma reação, pois eles não têm efeito sobre o equilíbrio químico, eles apenas aceleram o mecanismo da reação. Existem dois tipos de catalisadores homogêneos e heterogêneos.

### **3.8.2.1 Catálise homogênea**

Um catalisador é homogêneo quando forma uma única fase com a espécie com a qual reage. Normalmente catalisadores homogêneos são dissolvidos em um solvente com os substratos. As vantagens que se tem na catálise homogênea são: Durante a ação catalítica quase todas as moléculas do catalisador são utilizadas; os parâmetros reacionais, temperatura e pressão, são mais fáceis de serem controlados e possui alta seletividade em algumas reações. Porém, esse tipo de catálise apresenta algumas desvantagens como: Custo elevado nos procedimentos de recuperação e separação dos catalisadores, possibilidade de contaminação do produto pelo catalisador e problemas de corrosão em algumas reações que utilizam solventes ácidos (RUSSEL, 1994).

### **3.8.2.2 Catálise heterogênea**

Catalisadores heterogêneos são aqueles que formam fases diferentes com as espécies que reagem. Diversos mecanismos de reações em superfícies são conhecidos, dependendo da forma como ocorre a adsorção.

A maioria das reações químicas industriais utiliza catalisadores heterogêneos. Catalisadores sólidos, com alta superfície de contato, podem reduzir bastante a energia

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO

de ativação de reações em fase gasosa e em soluções líquidas. Uma característica da catálise heterogênea é a especificidade do catalisador (SOUZA, 2008).

Segundo Souza, 2008 a superfície sólida de um catalisador influencia a cinética da reação, pois as moléculas são adsorvidas quimicamente na superfície do catalisador, o que significa que elas são mantidas em sua superfície mediante ligações químicas. Os calores de adsorção são elevados, comparáveis aos desenvolvidos durante uma transformação química (SOUZA, 2008).

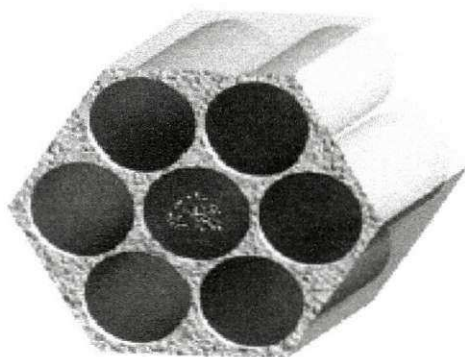
A catálise heterogênea possui algumas vantagens, dentre elas, maior facilidade em separar o catalisador do meio reacional, eliminação dos problemas de corrosão e de tratamento de efluentes. Porém, também possui algumas desvantagens como a dificuldade em controlar a temperatura para reações muito exotérmicas e as limitações de transferência de massa dos reagentes e produtos. Mas, mesmo com algumas desvantagens, os catalisadores heterogêneos são os mais utilizados na indústria química (DELANNAY, 1984).

Os catalisadores heterogêneos são tipicamente "suportados", o que significa que o catalisador está disperso em um segundo material que aumenta a eficácia ou minimiza o seu custo. Às vezes, o suportado é apenas uma superfície sobre a qual o catalisador é espalhado para aumentar a área superficial.

### **3.9 Peneiras moleculares mesoporosas MCM-41**

Os materiais mesoporosos representam uma nova classe de sólidos que possuem tamanho de poros uniformes (1,5 e 40 nm), ampla área superficial (até 2500 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>) e estruturas que podem ser modificadas de diversas formas. Estes materiais são de grande interesse na indústria química, principalmente para a catálise (SILVA, 2011).

Em 1992, pesquisadores da Mobil Corporation descobriram a família dos silicatos/aluminofosfatos mesoporosa denominada de M41S com estrutura porosa uniforme. Esse fato resultou no ressurgimento da pesquisa desses materiais, em todo o mundo. Um dos membros dessa família, o MCM-41 (Figura 6), possui um arranjo regular de canais uniformes com diâmetro que varia de 15 a 100Å, dependendo das condições de síntese (LIMA, 2008).

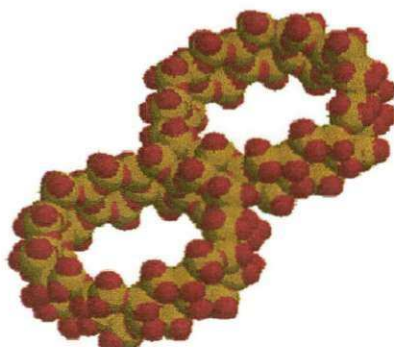


**Figura 6- Representação esquemática da estrutura MCM-41**

**Fonte:** Neves, 2003 apud Silva, 2007

Esta estrutura é também conhecida por possuir área de superfície alta ( $1000\text{m}^2/\text{g}$ ) e elevada estabilidade hidrotérmica, o que lhe fornece grande aplicação, como por exemplo, no processo de adsorção.

A MCM-41 é um material mesoporoso que apresenta relação Si/Al infinita quando sintetizado. É uma sílica amorfa ou uma estrutura de aluminosilicato com um arranjo hexagonal de poros uniformes (Figura 7). Os poros são de três a cinco vezes maiores do que os da maioria das zeólitas (SILVA, 2007).



**Figura 7-Poros hexagonais da MCM-41**

**Fonte:** Silva, 2007

Segundo Li 2002, o uso desse material na reação de transesterificação deve-se ao fato deles possuírem uma estrutura uniforme e alta área superficial, o que os torna propícios para reações com grandes moléculas orgânicas.

Um dos métodos de preparação de catalisadores mais utilizados é a impregnação de um suporte poroso com uma solução de um componente ativo. A impregnação consiste em colocar em contato com um suporte sólido um volume de solução contendo o precursor de fase ativa, que é seco para remover o solvente absorvido. O contato da solução é dirigido pela estrutura porosa do suporte, de forma que a quantidade de componente ativo incorporado no suporte dependa da concentração da solução a sua penetração para o interior do suporte.

Dois métodos de contato podem ser distinguidos, dependendo da quantidade da solução utilizada: impregnação via úmida, que envolve o uso de um excesso de solução com respeito ao volume do poro do suporte e impregnação por “umidade incipiente” ou “seca”, onde, o volume de solução contendo o precursor não excede o volume de poro do suporte (SILVA, 2011; WINJNGAARDEN *et al.*, 1996).

## **4. MATERIAIS E MÉTODOS**

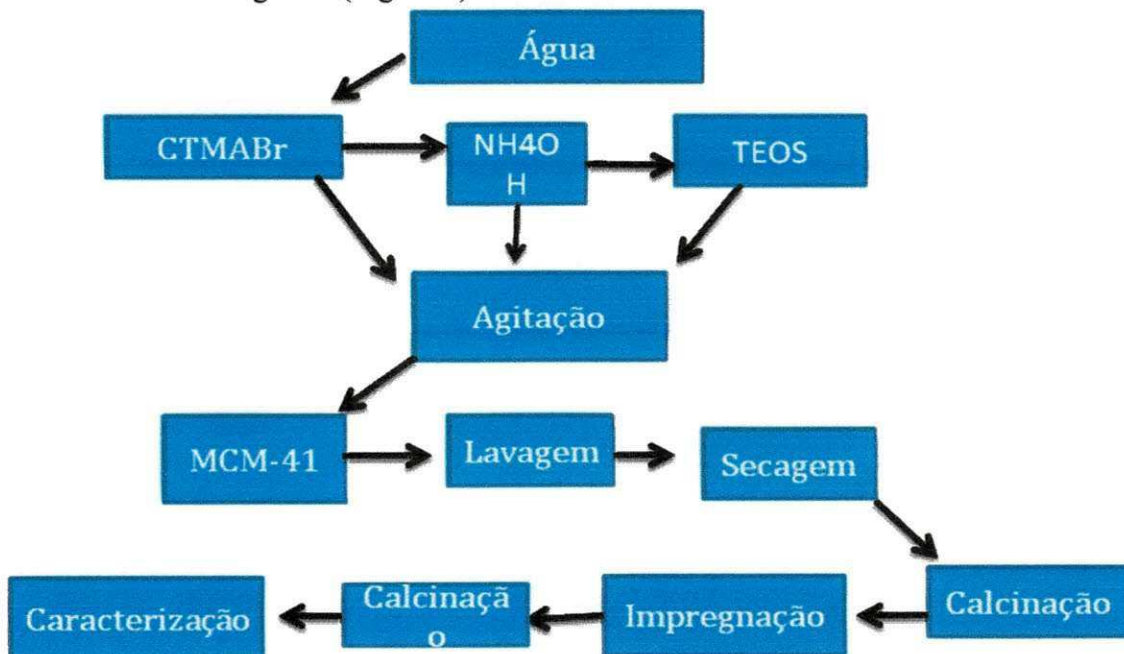
### **4.1 Síntese do MCM-41**

O suporte mesoporoso MCM-41 foi sintetizado de acordo com a metodologia descrita por Gaydhankar *et al.* (2007). A reação foi realizada à temperatura ambiente, o Brometo de hexadeciltrimetilamônio foi dissolvido em água deionizada sob agitação constante. Em seguida, adicionou-se hidróxido de amônio sob agitação e depois o Tetraetil ortosilicato. O material foi filtrado a vácuo, lavando o gel com água deionizada até total ausência do odor de amônia (Figura 8). Em seguida foi seco em estufa de secagem Quimis (SILVA, 2011).



**Figura 8 - Síntese do MCM-41**  
**Fonte:** Dados pessoais

O fluxograma (Figura 9) abaixo descreve a síntese da MCM-41.



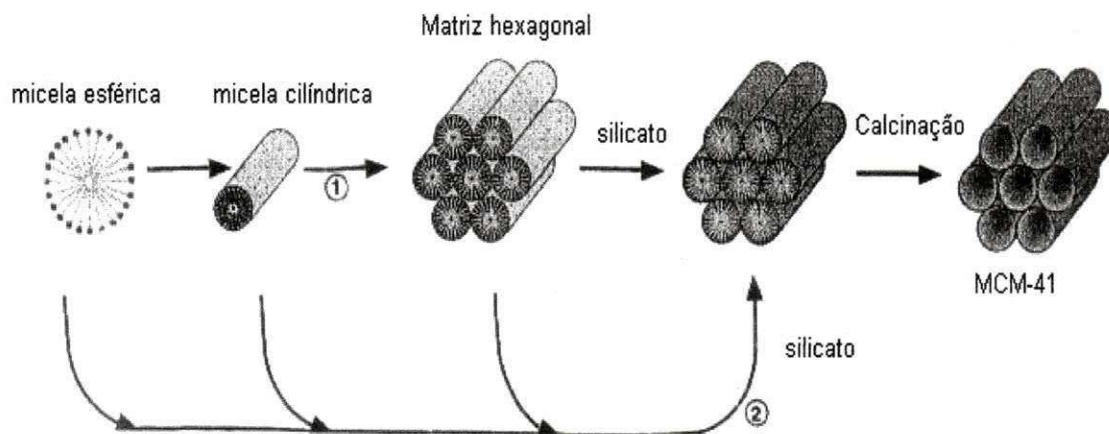
**Figura 9 – Fluxograma da síntese do MCM-41**

UNICAMP

## 4.2 Calcinação do MCM-41

Em seguida o suporte foi calcinado em Mufla Quimis. A calcinação foi realizada até 540 °C de acordo metodologia descrita por Gaydhankar *et al.* (2007).

Desta forma, a Figura 10 ilustra o mecanismo de formação da MCM-41 desde o processo de síntese a calcinação do material.



**Figura 10** - Mecanismo de formação da MCM-41

**Fonte.** LUENCHINGER et al, apud Félix, 2009.

## 4.3 Impregnação do MCM-41 com Níquel

Para a impregnação do metal Níquel na MCM-41 realizou-se a mistura física, através da adição da solução de níquel a 2, 5 e 10 % (Figura 11). Após a impregnação, o catalisador foi seco em Estufa de secagem Quimis por 80°C e novamente calcinado conforme Figura 12 (SILVA, 2011).



**Figura 11** - Impregnação do MCM-41 com Níquel

**Fonte:** Dados pessoais



**Figura 12** - MCM-41Ni calcinado

**Fonte:** Dados pessoais

#### **4.4 Caracterização do MCM-41**

Os catalisadores foram caracterizados por Difração de Raios-X (DRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

Os difratogramas foram obtidos pelo método do pó. As medidas foram realizadas em Difratorômetro com fonte de radiação  $\text{CuK}\alpha$ . ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ), obtida por 40kV em corrente de filamento de 30mA. Para a MCM-41 o ângulo foi de 1 a  $10^\circ$  e para as amostras impregnadas foi de 10 a  $90^\circ$ .

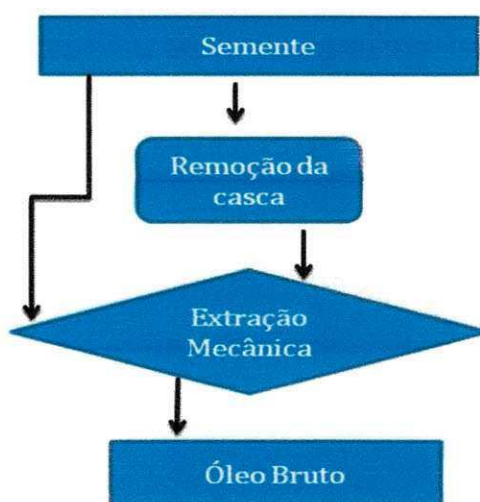
As microscopias eletrônicas de varredura foram obtidas em equipamento Phillips com ampliação de 5.000 a 15.000.

#### 4.5 Extração e caracterização do óleo

As sementes do pinhão-mansó foram adquiridas com produtores locais e o óleo foi obtido por extração mecânica. A caracterização do óleo foi realizada de acordo com índice de acidez.

Inicialmente, as sementes de pinhão-mansó foram descascadas para realizar a extração mecânica, em uma prensa hidráulica Ribeiro, sob pressão de 30 toneladas. Em seguida, realizou-se a filtração à vácuo para separar partículas da torta presentes no óleo.

O fluxograma abaixo ilustra o processo de extração do óleo (Figura 13).



**Figura 13** – Fluxograma da extração do óleo de pinhão mansó



#### **4.5.1 Processo de degomagem do óleo**

A degomagem do óleo bruto proporciona a remoção de fosfatídeos, proteínas e substâncias coloidais e, o seu processo pode ser realizado por várias maneiras, tais como: degomagem com água; degomagem total; (MORETTO and FETT, 1998).

Segundo ARAÚJO et al (2007), o método mais propício para o tratamento do óleo é a degomagem especial, apresentando melhores rendimentos e taxas de conversão. Assim sendo, utilizou-se uma metodologia adaptada de MORETTO (1998) para este processo, em que, o óleo bruto foi aquecido até 80 °C e, em seguida, adicionado 1% de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> e 3% de água destilada. A mistura foi submetida à agitação, em seguida foi centrifugada e separada por decantação (FREIRE, 2009).

#### **4.5.2 Neutralização do óleo**

A qualidade do óleo influencia a reação de transesterificação. Assim, o ideal é o óleo apresentar um índice de acidez inferior a 1 mg KOH/g óleo. Neste sentido os óleos que apresentaram acidez superior foram neutralizados, sendo utilizado o método de neutralização descontínua, em que foi adicionada uma solução de hidróxido de sódio ao óleo sob agitação. A concentração da solução do hidróxido de sódio foi determinada de acordo com os parâmetros de neutralização (MORETTO, 1998).

As características físico-químicas do óleo, tais como o índice de acidez, foram determinadas segundo as normas da AOCS (American Oil Chemists Society).

#### **4.5.3 Índice de acidez**

É o número de miligramas de hidróxido de potássio necessários para neutralizar os ácidos livres em 2g da amostra. Neste sentido a acidez foi medida empregando a seguinte metodologia: Pesou-se 2g da amostra e adicionou-se 25 ml de solução éter-álcool (2:1) neutralizada com uma solução de hidróxido de sódio 0,1N. Em seguida, adicionou-se 2 gotas de indicador fenolftaleína e titulou-se com solução de NaOH 0,1 N até atingir a coloração rósea. Os cálculos foram realizados pela equação 1:

$$IA = \frac{V * f * 5,61}{P}$$

Eq. 1

Em que: V é o número de mL de solução de hidróxido de sódio a 0,1N gasto na solução; f é o fator da solução de hidróxido de sódio e P é o número de gramas da amostra.

#### 4.6 Síntese e caracterização do Biodiesel

A produção do biodiesel de pinhão-mansão na rota etílica foi realizada com MCM-41Ni2%, MCM-41Ni5% e MCM-41Ni10%. A reação de transesterificação foi realizada na razão molar 1:9 óleo de pinhão-mansão: etanol e 2,0% do catalisador, em relação à massa do óleo. A mistura foi adicionada a um reator autoclave em teflon encamisado com inox e mantida na temperatura de 200°C durante 60 minutos.

Depois da reação, a mistura foi colocada em um balão de decantação e deixada por 2 horas para remover o biodiesel (Figura 14). Em seguida efetuou-se a filtração a vácuo, para retirar os resíduos de catalisador.



**Figura 14-** Processo de decantação do biodiesel

**Fonte:** Dados pessoais

O biodiesel foi colocado em um balão de decantação para efetuar a etapa de purificação através da adição de água destilada (Figura 15).



**Figura 15-** Processo de lavagem do biodiesel

**Fonte:** Dados pessoais

Após a lavagem o biodiesel foi seco em Estufa de Secagem Quimis na temperatura de 100°C.

#### 4.6.1 Rendimento

O cálculo do rendimento foi realizado tomando nota da massa inicial do óleo como referência ( $M_o$ ), e da massa final do biodiesel puro ( $M_b$ ). Com isso, o valor do rendimento do processo reacional foi obtido mediante a equação 2:

$$R = \frac{M_b}{M_o} * 100\% \quad \text{Eq. 2}$$

#### 4.6.2 Caracterização do biodiesel

O biodiesel foi caracterizado por Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho e Cromatografia em Fase Gasosa.

UNIVERSIDADE  
FACULDADE DE  
CIÊNCIAS EXATAS  
E TECNOLÓGICAS

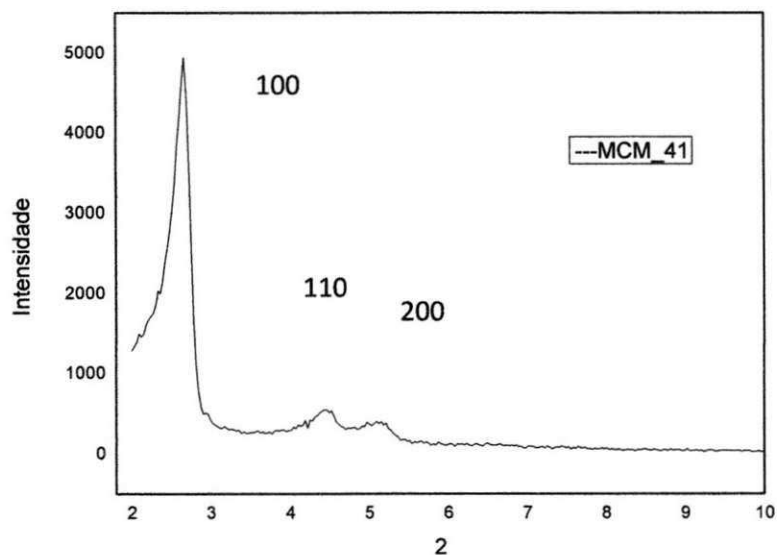
Os espectros de absorção na região do infravermelho do biodiesel de pinhão-mansó foram obtidos em Espectrofotômetro Bomem, em disco de KBr e faixa de análise de 4.000 a 400  $\text{cm}^{-1}$ , a fim de identificar os grupos funcionais e intensidade de absorção.

A cromatografia em fase gasosa foi utilizada para determinar o teor de ésteres no biodiesel. As análises cromatográficas do biodiesel foram realizadas em Cromatógrafo Shimadzu, Atmosfera de Hélio e Coluna DB-5HT.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

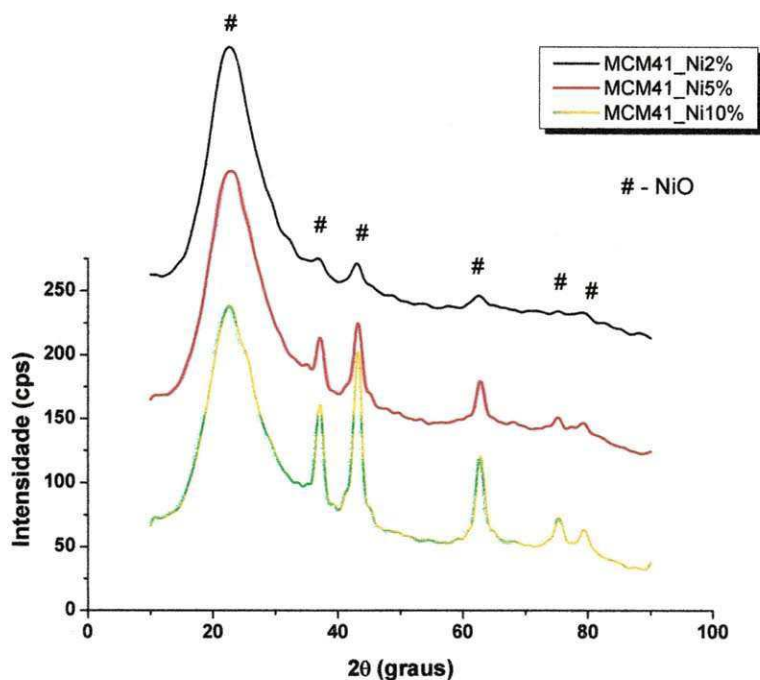
### 5.1 Difratoograma de Raios-X (DRX)

O difratograma do suporte MCM-41 (Figura 16) mostra a presença de três planos de reflexão (100), (110) e (200) o que confirma a formação da estrutura de simetria hexagonal, estando de acordo com a literatura. Segundo Huo *et al.* (1996), os 3 pontos de reflexão, que correspondem as reflexões (100), (110) e (200), são suficientes para se afirmar que a MCM-41 foi obtida.



**Figura 16** - Difratoograma de Raios-X do suporte MCM-41.

Os difratogramas do MCM-41Ni nas porcentagens de 2, 5 e 10% (Figura 17) indicaram a presença de duas fases, o pico mais alargado foi atribuído ao óxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ) e os demais foram atribuídos ao óxido de níquel ( $\text{NiO}$ ). Isso indica que parte do óxido de níquel não foi completamente disperso sobre a superfície do suporte.

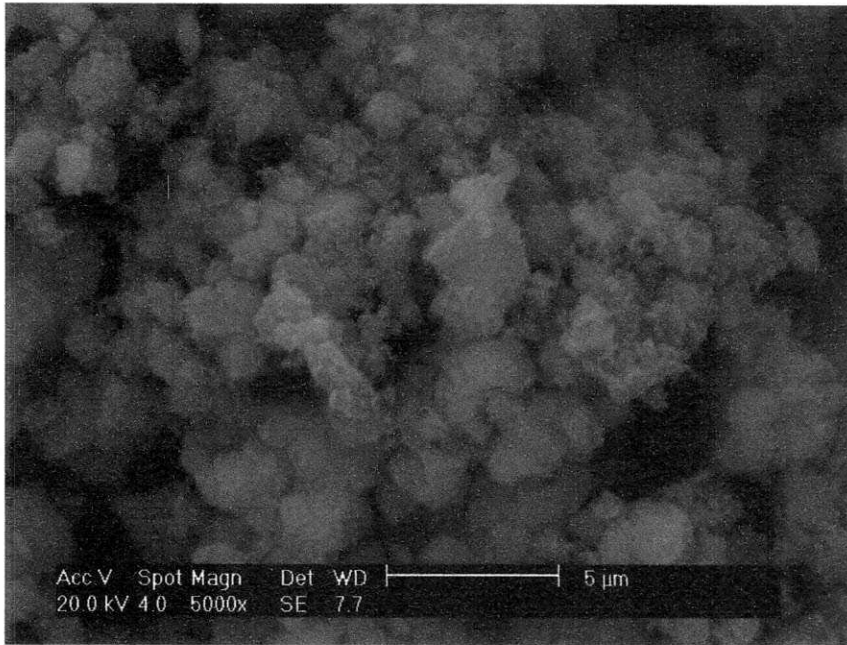


**Figura 17** – Difratogramas do MCM-41Ni nas porcentagens de 2, 5 e 10% (10 a 90°).

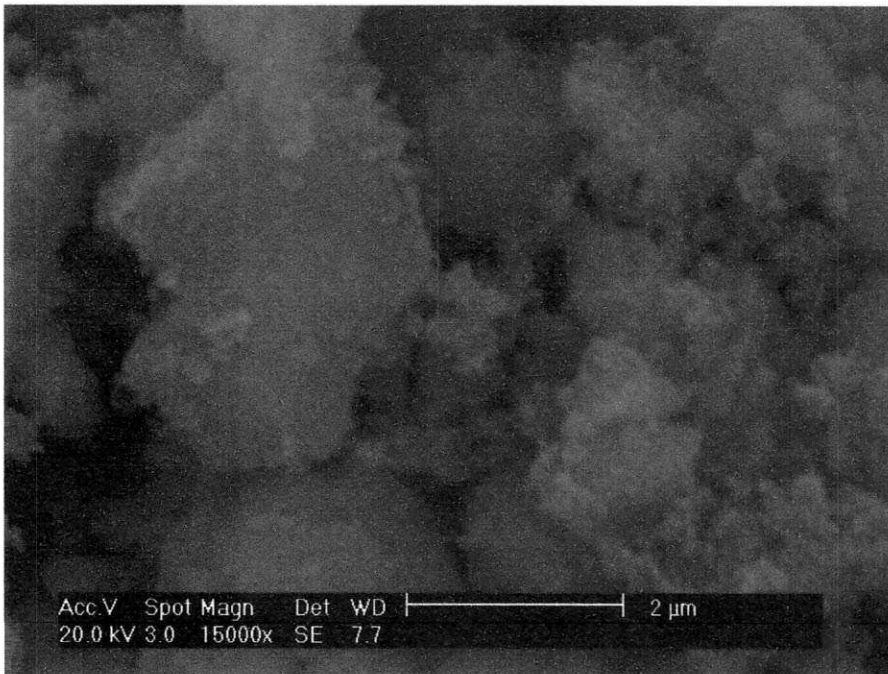
## 5.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As micrografias (Figuras 18-21) indicaram a formação de aglomerados com tamanho variado. A formação de aglomerados é predominante em todo o sistema estudado, demonstrando ser conseqüência do método de síntese. Estes aglomerados apresentam-se com morfologia irregular, porém muitas partículas estão na forma cristalina, enquanto que algumas partículas apresentam características de espumas, situadas sobre a superfície do material indicando que parte da amostra está amorfa.

Tais características amorfas podem ser confirmadas pelas análises de DRX, uma vez que, os picos de difração estão dispostos de forma alargada. Verifica-se também a presença de poros, permitindo assim, uma melhor eficiência em aplicação catalítica, já que o catalisador heterogêneo precisa ter boa porosidade para facilitar o contato com o reagente que se encontra em outro estado físico.

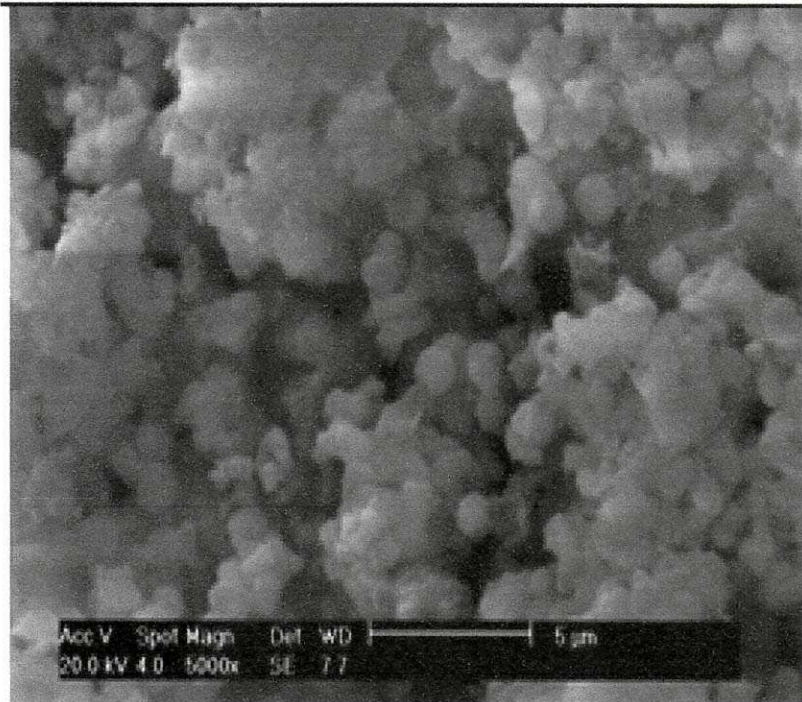


(a)

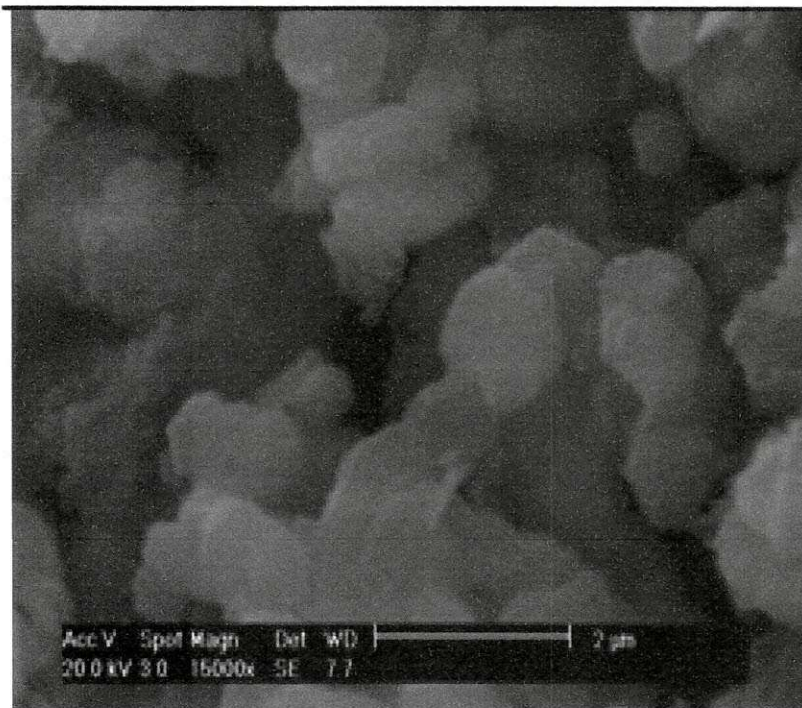


(b)

**Figura 18- a,b – Micrografias da MCM-41**



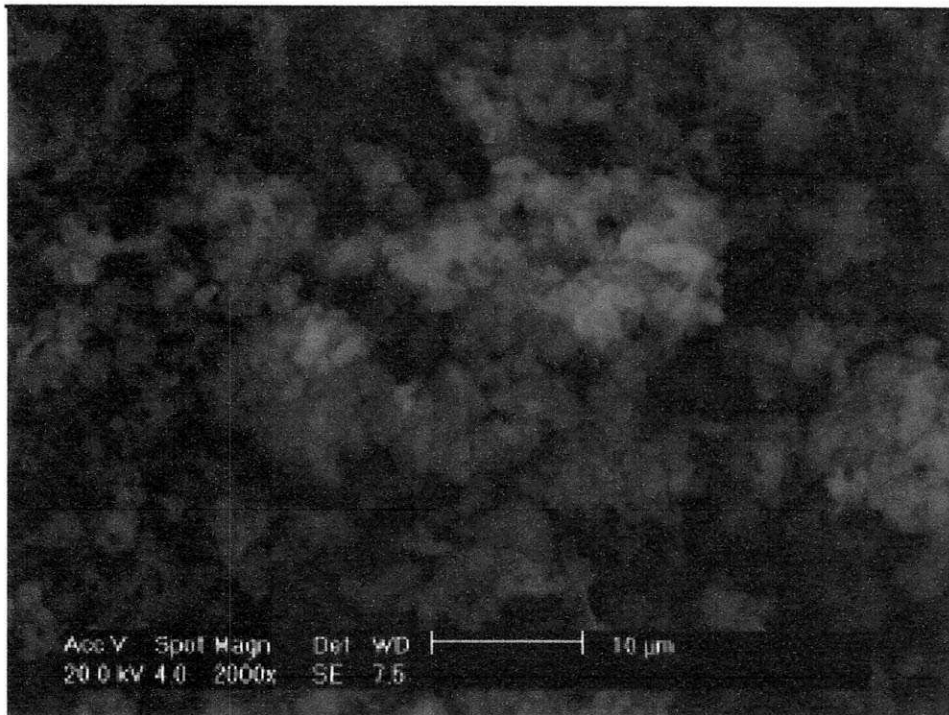
(a)



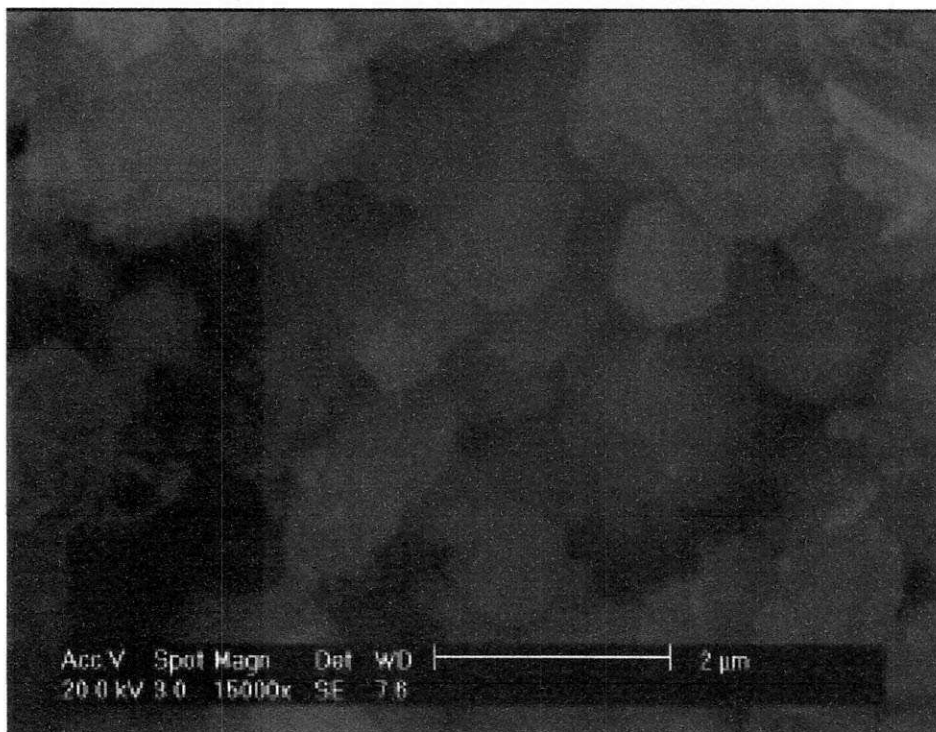
(b)

**Figura 19 a, b – Micrografias da MCM-41Ni2%**

UFPA/UNIV/TECA



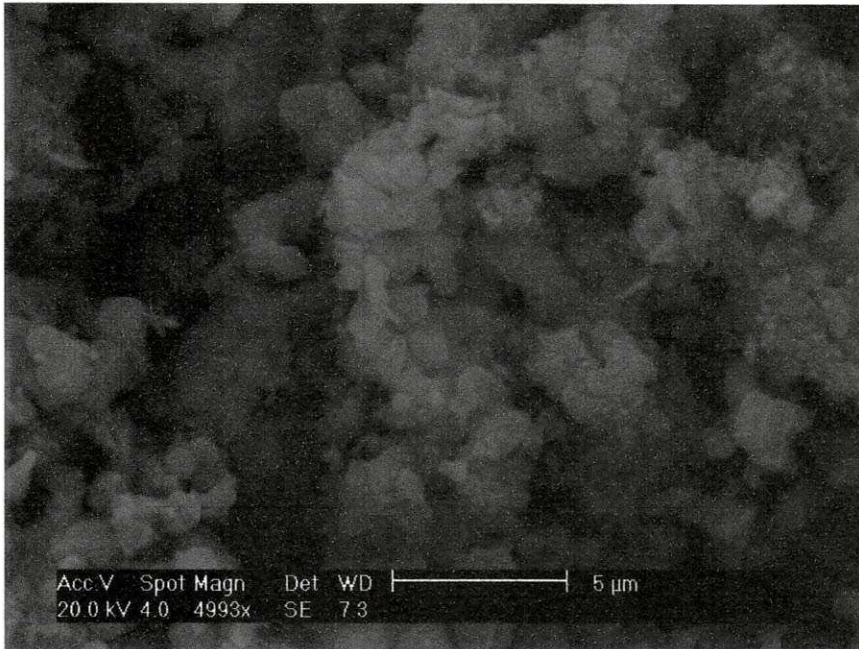
(a)



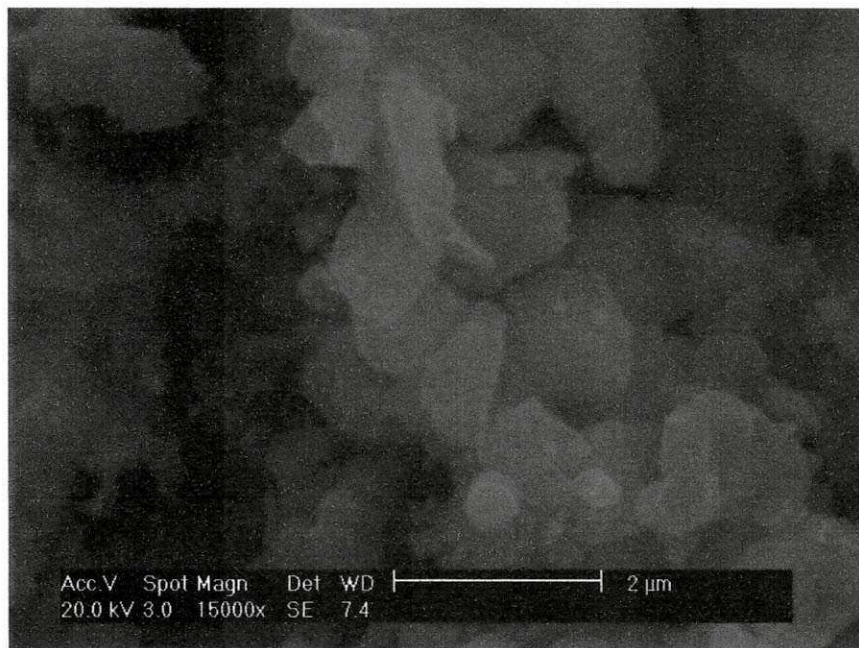
(b)

**Figura 20 a, b – Micrografias da MCM-41Ni5%**





(a)



(b)

**Figura 21 a,b** – Micrografias da MCM-41Ni10%

UFES / BIALU / ECA

### 5.3 Caracterização do Óleo de pinhão-mansó

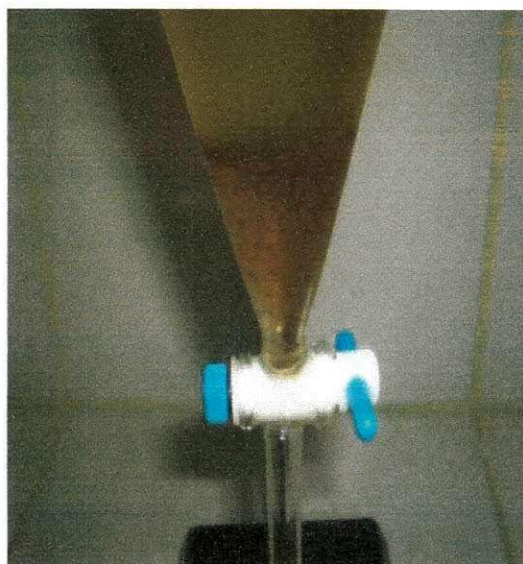
As sementes de pinhão-mansó foram descascadas, pesadas e prensadas. Após a extração (Figura 22) apresentou rendimento de 35,03% em relação à massa da semente. Este resultado foi condizente com a literatura, que aponta valores de 30 a 38% para extração por prensagem mecânica (ARRUDA et al., 2004; FREIRE, 2009; GOMES, 2007).



**Figura 22** - Extração do óleo

**Fonte:** FARIAS, 2010

Após extrair o óleo, realizou-se a filtração e refino do mesmo a fim de deixá-lo próprio para convertê-lo em biodiesel. O refino foi realizado através do processo de degomagem (Figura 23) e neutralização, eliminando os componentes não glicéridos como fosfatídeos e proteínas, como também reduzir a acidez.



**Figura 23 - Degomagem do óleo**

**Fonte:** Dados pessoais

Os componentes não glicerídicos foram separados por decantação. Após esse processo, o óleo foi neutralizado.

O óleo bruto apresentou um elevado índice de acidez, o que é inviável para a produção de biodiesel. Ao realizar a neutralização o índice de acidez do óleo diminuiu significativamente (0,69 mgKOH/g óleo), adequando-o para a reação de transesterificação e apontando a eficiência do processo de neutralização (Tabela 3).

**Tabela 3 - Índice de acidez do óleo de pinhão manso**

Análise	mg KOH/g óleo
Índice de acidez (óleo bruto)	4,16
Índice de acidez (após degomado)	5,70
Índice de acidez (após a neutralização)	0,69

**Fonte:** Dados pessoais

#### 5.4 Rendimento do biodiesel de pinhão-mansão

O biodiesel etílico de pinhão manso foi obtido pela reação de transesterificação. Em relação ao rendimento do biodiesel observa-se (Tabela 4) que ao aumentar a concentração de níquel no MCM-41 houve uma elevação no rendimento do biodiesel.

Tabela 4 - Rendimento do biodiesel de pinhão-mansão

<b>Amostras</b>	<b>Rendimento (%)</b>
B100/ MCM-41	56,17
B100/Ni <sub>2%</sub> -MCM-41	64,87
B100/Ni <sub>5%</sub> -MCM-41	71,12
B100/Ni <sub>10%</sub> -MCM-41	72,14

**Fonte:** Dados pessoais

#### 5.5 Índice de acidez do biodiesel de pinhão-mansão

Os valores de índice de acidez do biodiesel de pinhão-manso foram praticamente iguais. Isso indica que a introdução do níquel no suporte MCM-41 não aumenta a acidez independente da concentração desse metal (Tabela 5).

Tabela 5 - Índice de acidez do biodiesel de pinhão-mansão

<b>Amostras</b>	<b>Índice de acidez mgKOH/g</b>
B100/ MCM-41	0,233
B100/Ni <sub>2%</sub> -MCM-41	0,232
B100/Ni <sub>5%</sub> -MCM-41	0,231
B100/Ni <sub>10%</sub> -MCM-41	0,234

**Fonte:** Dados pessoais

Os valores de índice de acidez do biodiesel apresentaram-se dentro das normas estabelecidas pelo Regulamento Técnico 07/2008 da Agência Nacional de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP), que estabelece índice de acidez máximo de 0,5 mgKOH/g.

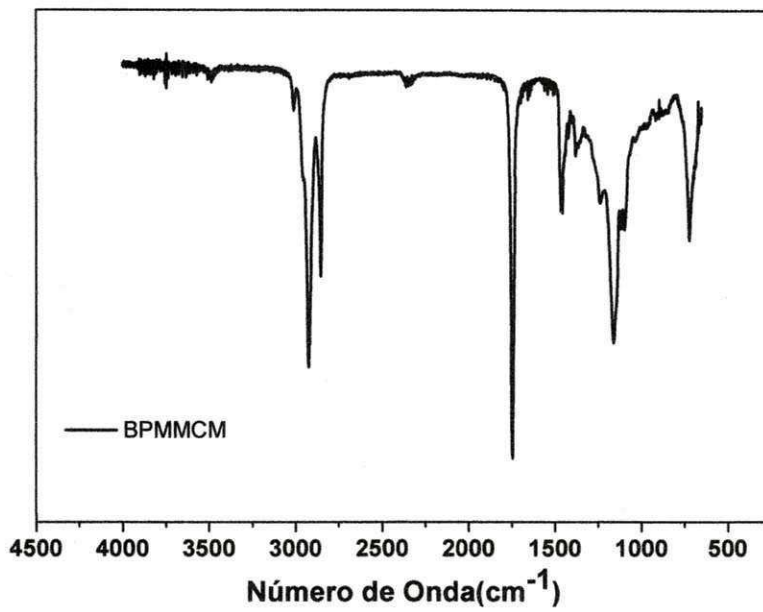
### 5.6 Caracterização do biodiesel por Infravermelho

Os espectros infravermelhos de todas as amostras de biodiesel (Figuras 24-25) indicaram as principais bandas de absorção de éster (Tabela 6). No entanto esta técnica não é conclusiva, pois o óleo também é éster.

Tabela 6 - Principais absorções do biodiesel de pinhão manso obtido com a MCM-41

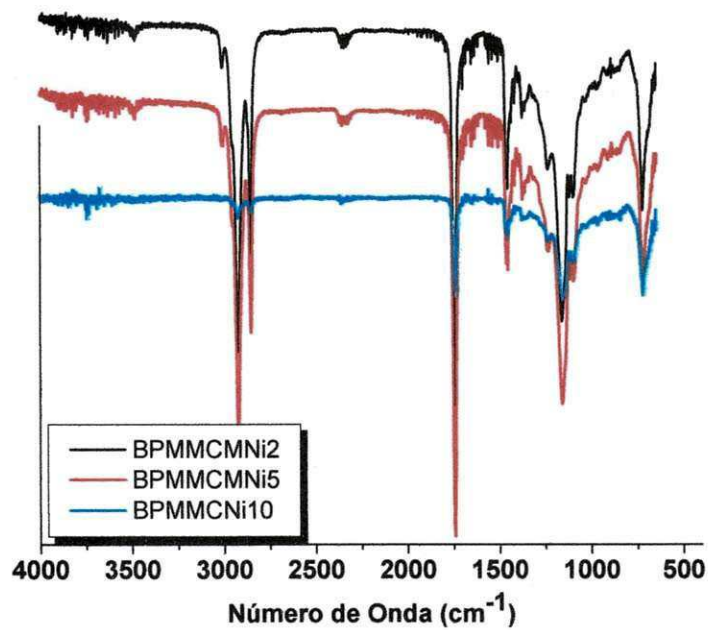
Atribuição	Número de onda ( $\text{cm}^{-1}$ )	Intensidade
Estiramento C=O de éster	1748	Forte
Estiramento assimétrico de CH alifático	2929	Forte
Estiramento C-O de éster	1157	Média
Estiramento simétrico de CH alifático	2854	Média
Deformação angular assimétrica $\text{CH}_2$	723	Fraca
Deformação angular $\text{CH}_2$	1462	Fraca
Estiramento CH de alceno	3009	Fraca

UNICAMP / BIBLIOTECA



**Figura 24** – Espectro infravermelho do biodiesel obtido com a MCM-41

As principais bandas de absorção de éster também foram observadas no biodiesel obtido com o MCM-41Ni, apenas com alguns deslocamentos (Figura 25).



**Figura 25** – Espectro infravermelho do biodiesel obtido com a MCM-41Ni

BIBLIOTECA

### 5.7 Caracterização do biodiesel por Cromatografia em Fase Gasosa

A cromatografia em fase gasosa é a técnica definitiva na indicação da conversão do biodiesel (Cromatogramas em Apêndice). As Tabelas 7, 8, 9 e 10 indicaram baixa conversão do biodiesel, verificando que o catalisador MCM-41Ni 2% apresentou o maior teor de ésteres (28 %).

**Tabela 7** – Conversão de éster do biodiesel obtido com a MCM-41

<b>NOME</b>	<b>TEOR DE ÉSTERES (%)</b>
Ester	19.28
Monoglicerídeos	0.00
Diglicerídeos	10.69
Triglicerídeos	70.03
Total	100.00

**Tabela 8** – Conversão de éster do biodiesel obtido com o MCM-41Ni2%

<b>NOME</b>	<b>TEOR DE ÉSTERES (%)</b>
Ester	28.11
Monoglicerídeos	0.00
Diglicerídeos	9.50
Triglicerídeos	62.40
Total	100.00

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO

**Tabela 9** – Conversão de éster do biodiesel obtido com o MCM-41Ni5%

<b>NOME</b>	<b>TEOR DE ÉSTERES (%)</b>
Ester	17.65
Monoglicerídeos	0.00
Diglicerídeos	16.11
Triglicerídeos	66.24
Total	100.00

**Tabela 10** – Conversão de éster do biodiesel obtido com o MCM-41Ni10%

<b>NOME</b>	<b>TEOR DE ÉSTERES (%)</b>
Ester	21.92
Monoglicerídeos	0.00
Diglicerídeos	7.08
Triglicerídeos	71.01
Total	100.00

## **6. CONCLUSÕES**

O suporte MCM-41 foi sintetizado utilizando-se baixas concentrações de surfactante, à temperatura ambiente, indicando que a metodologia utilizada é simples e economicamente interessante.

O MCM-41 obtido foi caracterizado por Difração de Raios-X e Microscopia Eletrônica de Varredura comprovando a formação da fase hexagonal.

O biodiesel de pinhão-mansão foi sintetizado na rota etílica com o catalisador MCM-41Ni na pressão ambiente, indicando maior rendimento com o maior teor de níquel.



Os valores de índice de acidez das amostras apresentaram-se dentro das normas da Agência Nacional de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP).

Os espectros de absorção na região do infravermelho indicaram as principais bandas do éster tanto para o biodiesel obtido com MCM-41 quanto para o biodiesel obtido com MCM-41 impregnado com níquel em diferentes porcentagens.

Os dados de cromatografia em fase gasosa indicaram baixa conversão do biodiesel. Verificando que a maior conversão ocorreu utilizando o catalisador MCM-41Ni 2% com teor de ésteres de 28 %.

Desta forma sugere-se que o catalisador MCM-41Ni não é interessante para a síntese do biodiesel de pinhão-manso nas condições de síntese citadas. Testes com outros metais na impregnação da MCM-41 foram iniciados e indicaram maiores conversões do biodiesel.

#### **AGRADECIMENTOS**

Ao Laboratório de Combustíveis e Materiais/UFPB e Laboratório de Catálise/UFRN pelas análises realizadas.

## 7. REFERÊNCIAS

ARAÚJO, F. D. S.; **Caracterização do óleo de biodiesel de pinhão manso (*Jatropha curcas* L.)**. Departamento de Química, Universidade Federal do Piauí. 2006

ARRUDA, F. P.; **Cultivo do pinhão manso (*Jatropha curca* L.) como alternativa para o semi-árido nordestino**. Centro de ciências agrária/UFPB. 2004.

ANP. **Petróleo e Derivados**. Agência Nacional de Petróleo, Disponível em: <http://www.anp.gov.br>. Acessado em: 26/04/2010.

AZEVEDO, H., **Biodiesel processing and production**. *Fuel Processing Technology*, 86, 1097-1107. 2006

CANDEIA, R.A. **Biodiesel de soja: Síntese, Degradação e Misturas Binárias**. Programa de Pós-graduação em Química da Universidade Federal da Paraíba (UFPB), 2008. Tese de Doutorado.

CARDOSO, A. A.; **Biocombustível, o mito do combustível limpo**. Química nova na escola. Nº 28, maio 2008.

COLETTI, R. A. **Biodiesel: Combustível renovável e ambientalmente correto**. Disponível em: [www.biodieselbr.com/destaques/2005/combustivel-renovavel](http://www.biodieselbr.com/destaques/2005/combustivel-renovavel). acesso em 30/01/2011.

DELANNAY, F. **Characterization of heterogeneous catalysts**, Ed. Marcel Dekker, New York, p. 404, 1984.

FÉLIX, C. R. O.; **Avaliação de catalisador mesoporoso na reação de hidrocraqueamento do cumeno**. 2009. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Campina Grande.

REPOSICIONAMENTO

FIQUEIREDO, M. K.; **Estudo do óleo da torta de pinhão-mansão, proveniente de conversão a baixa temperatura.** Universidade federal do Rio de Janeiro. Programa de pós-graduação em química orgânica. 2007

FREIRE, L.M. S.; **Otimização da síntese etanólica do biodiesel de pinhão-mansão (*Jatropha Curcas* L.) e determinação dos seus parâmetros fluidodinâmicos.** Dissertação de Mestrado em Química, Programa de Pós-graduação em Química da Universidade Federal da Paraíba (UFPB), João Pessoa - PB, 2009.

FERRARI, R. A. CASARINI M. B.; **Avaliação da composição química e de constituinte tóxico em acessos de pinhão-mansão de diferentes origens.** Braz. J. Food Technol., v. 12, n. 4, p. 309-314, out./dez. 2009. <http://www.ital.sp.gov.br/> acesso em 20/05/2011.

GAYDHANKAR, T.R., V. SAMUEL, R.K., KUMAR, R., JOSHI, P.N., **Room temperature synthesis of Si-MCM-41 using polymeric version of ethyl silicate as a source of silica,** Materials Research Bulletin, 2007, p.1473-1484.

GOMES, F. H. T. **Composição químico-bromatológica e degradação *in situ* de nutrientes de co-produtos da mamona e do pinhão-mansão da cadeia produtiva do biodiesel.** Monografia (graduação), curso de Agronomia - Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2007.

HUO, Q.; MARGOLESE, D.I.; STUCKY, G. D. **Surfactant Control of Phases in the Synthesis of Mesoporous Silica-Based Materials.** Chem. Mater., 1996, v.8, p. 1147-1160.

Li, Z, GAO, L.; **Investigation of the dispersio of MoO<sub>3</sub> onto support of mesoporous silica MCM-41,** Applied catalysis A: General, 2002.

LIMA, N. L. **Obtenção de biodiesel a partir da mistura dos óleos de milho e algodão usando catalisadores homogêneo e heterogêneo.** 2008. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Campina Grande.

LUENCHINGER, M.; A mechanistic explanation of the formation of high quality MCM-41 with high hydrothermal stability. **Microporous and mesoporous materials**. 2003.

MA, F. HANNA, M. A.; **Biodiesel production: a review**. *Biores. Technol.* V-7 n° 1. 1999.

MARQUES, L.; **Segredos do mundo da Química: catálise**. Universidade de Évora – Departamento de química. 2008.

MASCARENHAS, A. J. S.; OLIVEIRA E. C.; PASTORE, H. O.; **Cadernos Temáticos de Química Nova na Escola**. Edição especial, 2001.

MELO A, JAMES C.; BRANDER JR A, WALTER; CAMPOS A, RONALDO J.A.; PACHECO A, JOSÉ G.A.; SCHULER B, ALEXANDRE R.P.; STRAGEVITCH A,\*; LUIZ. **Avaliação preliminar do potencial do pinhão manso para a produção de biodiesel**. 2008.

MORETTO, E.; FETT, R.; **Tecnologia de óleos e gorduras vegetais na indústria de alimentos**. São Paulo: Livraria Varela, 1998.

OLIVEIRA A.D.; **Biodiesel do óleo de pinhão manso degomado por esterificação**. IV Congresso Brasileiro de Mamona e I Simpósio Internacional de Oleaginosas Energéticas, João Pessoa, PB – 2010.

NEVES, J. E.; **Redução do teor de enxofre de gasolina sintéticas através do processo de adsorção utilizando peneiras moleculares MCM-41**. 2003 Dissertação de mestrado – UFCG. Campina Grande.

PENHA, M.N.C; **Caracterização físico-química da semente e óleo de pinhão manso (*Jatropha curcas*) cultivado no Maranhão**. Departamento de Química UFMA, São Luís –MA.2009.

RECIBIDA EN LA BIBLIOTECA

**Propriedades Físicas da Jatropha curcas** disponível em [www.pinhaomanso.com.br/pinhaomanso](http://www.pinhaomanso.com.br/pinhaomanso), acesso 20/01/2011

REDA, S.Y, CARNEIRO,P.I. **Óleos e gorduras: aplicações e implicações**. Revista Analitic. Fevereiro/Março, 2007.

RUSSEL, J. B. Química Geral. V. 2, Makron Books, São Paulo-SP, p. 1268, 1994.

SANTANA, M.C.; **Biodiesel**. Disponível em: [www.brasilecola.com](http://www.brasilecola.com) acesso 03/05/2011

SILVA, A. A.; **Atividade catalítica em sistemas homogêneo e heterogêneo na produção do biodiesel utilizando a reação de transesterificação a partir do óleo de soja**. 2007. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Campina Grande.

SILVA, A. S. **Avaliação de catalisadores de nio e  $mo_3$ , suportados em mcm-41, na obtenção de biodiesel de óleo de algodão**. 2011. Tese (Doutorado). Universidade Federal de Campina Grande.

SILVA, C. C. C. M. **Produção de biodiesel a partir do óleo de soja utilizando hidrotalcita como catalisador**. 2008. Tese (Doutorado). Universidade Federal do Rio de Janeiro.

SILVA. C. L. M. **Obtenção de ésteres etílicos a partir da transesterificação do óleo de andiroba com etanol**. Universidade Estadual de Campinas-UNICAMP. Departamento de Química Inorgânica.2005.

SILVA, M. B.; **Estudo das condições de preparação, caracterização e reatividade de catalisadores de prata suportada sobre alumina gama**.1996.tese(Doutorado). Universidade estadual de campinas.

SOUZA, A. A. FARIAS, R.F. **Cinética química teoria e pratica**. São Paulo: Átomos, p. 60, 2008.



www.suapesquisa.com acesso em 03/05/2011

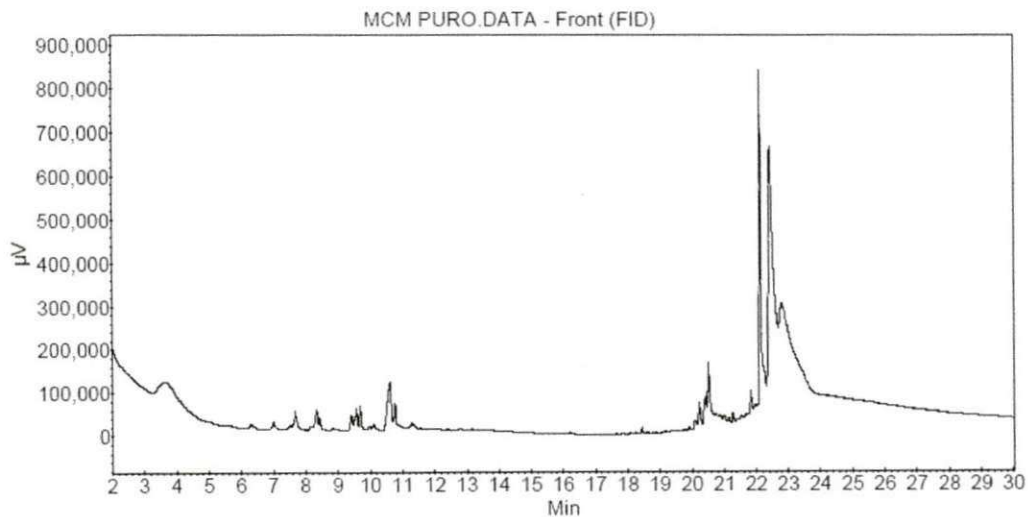
ZHAI, S.; ZHANG, Y.; WU, D.; SUN, Y.; WANG, S. Comparative study on the structural acidic and catalytic properties of nano-sized and large-particulate mesoporous aluminosilicates. **Topics in Catalysis**, v. 39, p. 227 - 235, 2006.

UFPA - CENTRO DE PESQUISA E DESENVOLVIMENTO TECNOLÓGICO

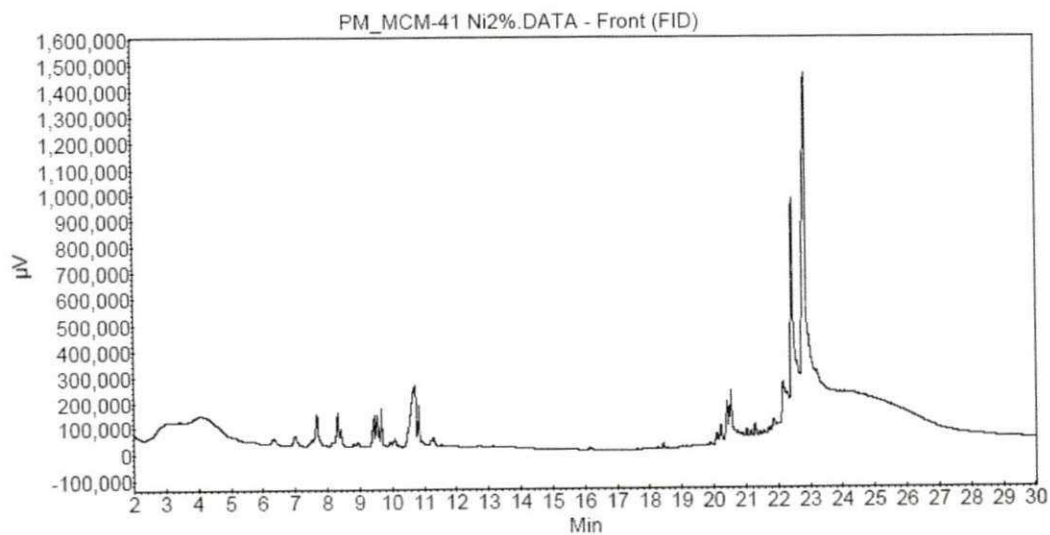
# APÊNDICE

UFPA

## Apêndice A – Cromatogramas do biodiesel

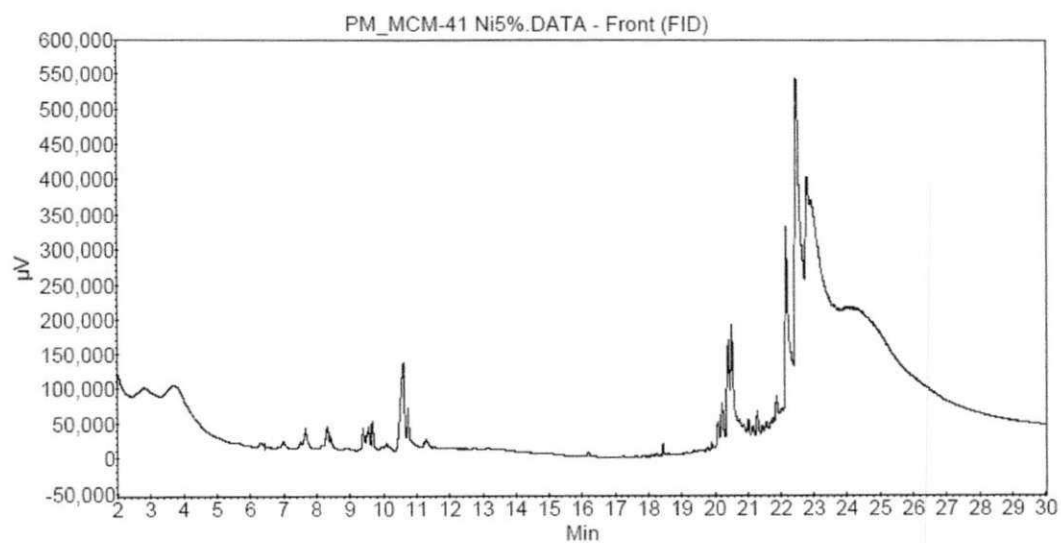


Cromatograma do biodiesel obtido com MCM-41

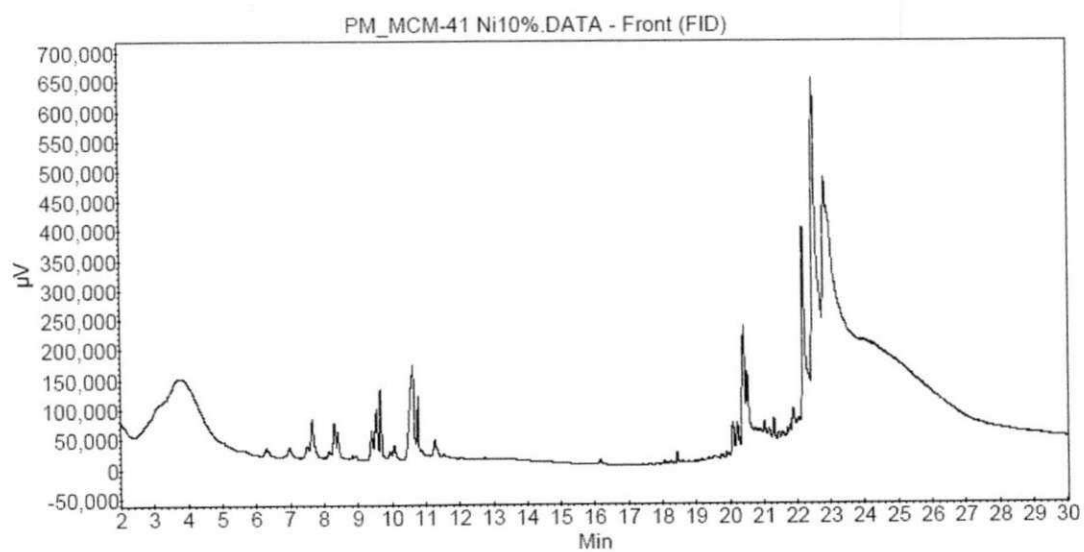


Cromatograma do biodiesel obtido com MCM-41Ni2%





Cromatograma do biodiesel obtido com MCM-41Ni5%



Cromatograma do biodiesel obtido com MCM-41Ni10%