

# OBTENÇÃO DE BIODIESEL A PARTIR DO ÓLEO DE SOJA UTILIZANDO A VERMICULITA EXPANDIDA

V. C. SILVA<sup>1</sup>, J. S. ALBUQUERQUE<sup>1</sup> e B. V. SOUSA<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Universidade Federal de Campina Grande, Departamento de Engenharia Química  
E-mail: [valdetecampossilva@hotmail.com](mailto:valdetecampossilva@hotmail.com), [jonassantana25@gmail.com](mailto:jonassantana25@gmail.com),  
[bianca@deq.ufcg.edu.br](mailto:bianca@deq.ufcg.edu.br)

**RESUMO** – A utilização do biodiesel representa atualmente uma alternativa promissora na redução de impactos ambientais e fonte estratégica de energia renovável. Sua produção é baseada na transesterificação de óleos vegetais ou gorduras animais, utilizando catalisadores homogêneos ou heterogêneos. Os catalisadores argilosos vêm ganhando destaque, por apresentarem acidez, alta capacidade de troca catiônica e abundância na forma *in natura*. Geralmente, realizam-se modificações na argila vermiculita por tratamentos térmicos, os quais aumentam a distância entre os espaços lamelares e favorecem o processo catalítico. O objetivo desse trabalho é avaliar o desempenho da vermiculita expandida na reação de transesterificação do óleo de soja. Através das micrografias e dos infravermelhos observou-se folhedos espaçosos e delaminados e confirmou-se a ausência de bandas características de água após a expansão, respectivamente. Verificou-se que a vermiculita expandida apresentou potencial catalítico para utilização na rota metflica de produção de biodiesel.

## 1. INTRODUÇÃO

O mineral vermiculita é um silicato composto principalmente de ferro, alumínio e cálcio. Pertencente à família das micas, ele existe em abundância no Brasil, com reservas no Piauí, Goiás, Paraíba e na Bahia. A vermiculita tem massa específica baixa e apresenta forma de lâmina (lamelar). Sua principal vantagem é ser um material inorgânico e resistente a temperaturas elevadas.

Quando aquecida a uma temperatura superior a 150 °C, a vermiculita aumenta de volume, expande-se perpendicularmente (como uma sanfona) e libera água, aumentando seu volume até 20 vezes. Como a maioria dos minerais, a vermiculita é hidrofílica, ou seja, atrai moléculas de água e pode ser molhada. Poucos minerais são hidrófobos, como enxofre, grafite e carvão que, quando mergulhados na água, não molham e saem secos (Martins, 2000).

O biodiesel é um combustível biodegradável e renovável, consistindo de ésteres monoalquílicos de ácidos graxos preparados a partir de matérias-primas contendo triglicerídeos, tais como óleos vegetais, gordura animal e resíduos (García-Sancho, 2011).

A reação de transesterificação é considerada o processo químico mais viável, no momento, em todo o mundo para a produção do biodiesel, principalmente porque as

características físicas dos ésteres de ácidos graxos são muito próximas daquelas do diesel (Geris *et al.*, 2007; Candeia, 2008).

A transesterificação, também chamada de alcoólise, é a reação de um óleo ou gordura com um álcool para formar os ésteres e glicerol. A estrutura da sua reação está ilustrada na Figura 1 (Singh e Sarma, 2011).

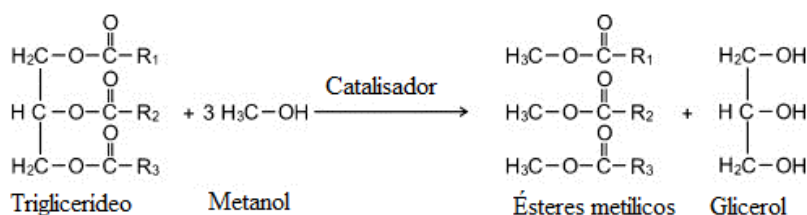


Figura 1 - Reação de transesterificação com metanol na presença de catalisador.

Atualmente, o biodiesel é normalmente produzido usando um catalisador básico homogêneo. Os mais utilizados são o hidróxido de sódio (NaOH) e o hidróxido de potássio (KOH), que são facilmente solúveis no metanol (Felizardo *et al.*, 2006; Kulkarni *et al.*, 2006). A vantagem deste processo é a produção de ésteres metílicos, a obtenção de rendimentos muito elevados em condições suaves e que a reação geralmente leva pouco tempo para a sua execução (Sharma *et al.*, 2006; Meher *et al.*, 2006).

Este trabalho tem como objetivo a reação de transesterificação do óleo de soja com o álcool metílico, utilizando como catalisador heterogêneo a vermiculita expandida e, avaliar a capacidade de conversão em ésteres.

## 2. METODOLOGIA

### 2.1 Expansão da vermiculita *in natura*

Inicialmente, 20 g de argila vermiculita passada em peneira Tyler de 200 mesh, foi pesada e depois medido o volume em uma proveta graduada. Posteriormente, foi adicionada, com elevado grau de espalhamento, em cadinhos de porcelana, que foram levados a forno mufla por 15 min à temperatura de 800 °C para promover a secagem. Levou-se ao dessecador, até ficar na temperatura ambiente, aproximadamente meia hora. Em seguida, mediu-se, com a mesma proveta graduada, o grau de expansão (GE), definido como a razão entre o volume da vermiculita expandida e *in natura*. Através da Equação 1 foi calculado o GE:

$$GE = \frac{V_{\text{exp}}}{V_{\text{in}}} \quad (1)$$

## 2.2 Produção de biodiesel

A argila vermiculita expandida foi testada na reação de transesterificação metílica do óleo de soja utilizando um reator PAAR modelo 4848, de alta pressão, do tipo batelada. Na Tabela 1 estão apresentadas as condições.

Tabela 1- Condições de operação da reação de transesterificação metílica

Variáveis	Condições
Óleo/Álcool (molar)	1:10
Catalisador (m/m)	4%
Pressão	Autógena
Rotação (rpm)	500

A temperatura e o tempo de reação estão descritos na Tabela 2.

Tabela 2 - Condições de operação da reação de transesterificação metílica para as amostras

	Tempo de reação (h)	Temperatura (°C)
Amostra 1	4	100
Amostra 2	2	100

Inicialmente, misturou-se o óleo de soja, o metanol e o catalisador no reator, este foi fechado com segurança, ajustado para as condições de operação e, então, se deu início à reação de transesterificação. Após o tempo reacional, a mistura foi colocada em funil de decantação e deixada em repouso até que houvesse a completa separação das fases da mistura. Posteriormente, a fase mais densa (a glicerina) foi retirada, restando apenas o biodiesel. Em seguida, foi realizada a etapa de lavagem do biodiesel, onde adicionou-se água deionizada. A lavagem ocorreu até que a água estivesse neutra. Finalmente, o material obtido foi colocado em estufa durante 2 h a 100 °C para retirada da água. Após esta etapa, o biodiesel foi encaminhado para análises.

## 2.3 Micrografia Eletrônica de Varredura (MEV)

As argilas foram analisadas em um Microscópio Eletrônico de Varredura da PHILIPS XL30FEG (Field Emission Source) com um Espectrofotômetro de energia dissipativa acoplado.

## 2.4 Espectrofotometria na Região do Infravermelho (FTIR)

As análises foram realizadas pelo método do pó utilizando um espectrofotômetro de infravermelho AVATAR TM 360 ESP FT-IR, com comprimentos de onda na faixa de 2000 a 650  $\text{cm}^{-1}$ , com incrementos de 500  $\text{cm}^{-1}$  e resolução de 4  $\text{cm}^{-1}$ .

## 2.5 Teste catalítico: Reação de transesterificação

A análise por cromatografia gasosa foi realizada para determinação dos percentuais de ésteres metílicos de ácidos graxos nas amostras de biodiesel. Uma amostra da solução é inserida no injetor do equipamento, vaporizada e transportada por um gás de arraste através da coluna cromatográfica, onde ocorre a separação da mistura. As substâncias separadas saem da coluna dissolvida no gás de arraste e passam por um detector, que gera um sinal elétrico proporcional à quantidade de material diluído. O biodiesel foi analisado num cromatógrafo a gás da marca VARIAN, modelo 450-GC.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 3.1 Expansão da vermiculita *in natura*

Os resultados do grau de expansão da vermiculita *in natura* encontram-se na Tabela 3.

Tabela 3 - Resultados do grau de expansão (GE)

Temperatura (°C)	Min (g)	Mexp (g)	Vin (mL)	Vexp (mL)	GE
800	25,6760	23,3632	37,0	42,0	<b>1,1351</b>

Legenda:  $M_{in}$  = massa *in natura*,  $M_{exp}$  = massa expandida,  $V_{in}$  = volume *in natura*,  $V_{exp}$  = volume expandido.

A água interlamelar, quando retirada pelo aquecimento, faz com que o argilomineral se expanda e, conseqüentemente, tem-se um aumento da sua área superficial. Na Tabela 3, observou-se o aumento do volume da vermiculita com a diminuição da massa, devido à evaporação de água. Valores de GE acima de 1,0 são considerados bons resultados de expansão (França e Luz, 2002).

### 3.2 Micrografia Eletrônica de Varredura (MEV)

Na Figura 2 estão apresentadas as micrografias das vermiculitas *in natura* e expandida.

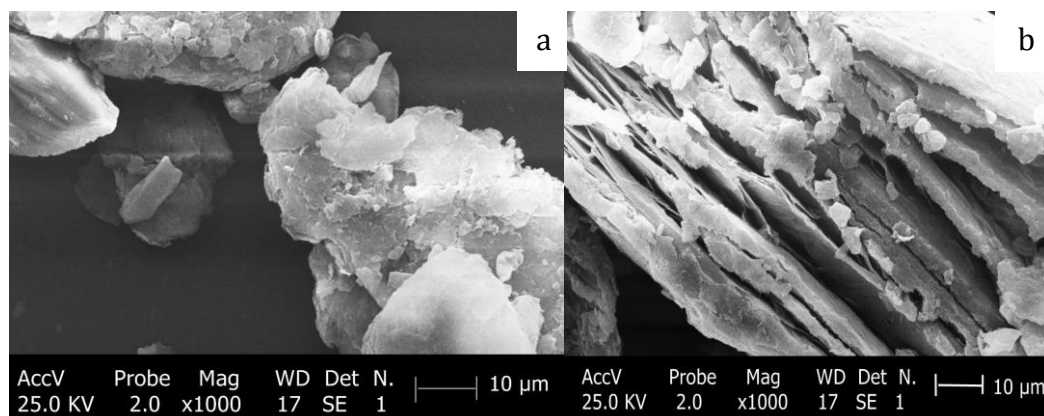


Figura 2- a) vermiculita *in natura* e b) vermiculita expandida.

Por meio de observações diretas das micrografias da vermiculita *in natura* (Figura 2a), observou-se uma estrutura compactada e escamosa, formada por aglomerados e pequenos espaçamentos, típica da argila vermiculita no estado natural. Nas micrografias da vermiculita expandida (Figura 2b) observou-se uma estrutura escamosa e menos compactada, com folhas bem delaminadas e aumento do espaçamento interlamelar do material. A expansão em altas temperaturas ocasiona a eliminação de água adsorvida no material. Logo, os espaçamentos entre as camadas interlamelares aumentam expressivamente e isso possibilita que outras moléculas difundam para o seu interior e incorporem em sua estrutura, podendo ser aplicado para a adsorção de materiais contaminantes e reações catalíticas.

### 3.3 Espectrofotometria na região do infravermelho (FTIR)

Na Figura 3 estão apresentados os resultados de espectrofotometria na região do infravermelho para a vermiculita *in natura* e expandida.

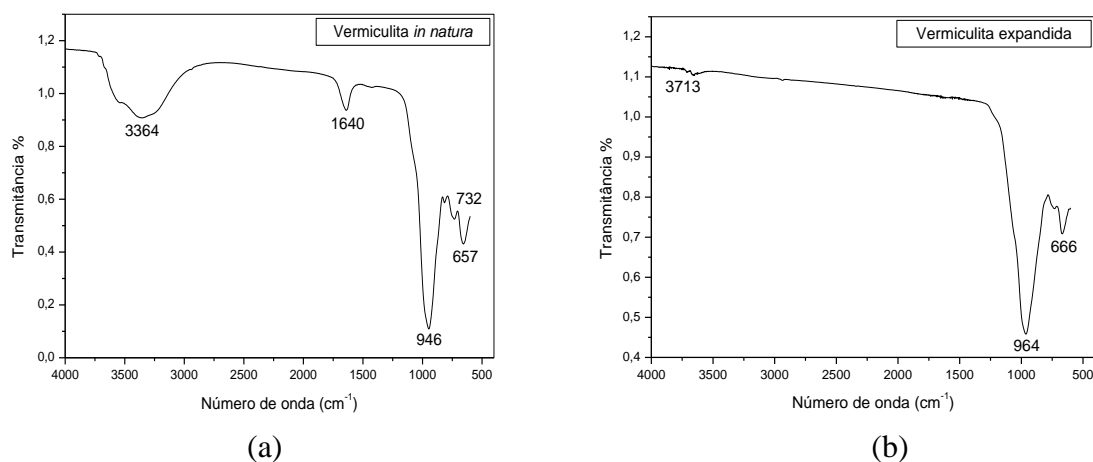


Figura 3 - Espectrofotometria na região do infravermelho para a vermiculita *in natura* (a) e expandida (b).

Para vermiculita *in natura*, Figura 3a, observou-se uma banda de absorção larga e intensa na região de  $3364\text{ cm}^{-1}$  referente a vibrações de deformação axiais de O-H livres dos grupos silanóis (SiOH) da estrutura, além de moléculas de água que são invariavelmente adsorvidas por ligações de hidrogênio e, também, encontradas na região interlamelar. Outra banda de intensidade média em  $1640\text{ cm}^{-1}$  é atribuída à deformação angular simétrica da ligação O-H de água, confirmando a presença deste composto na estrutura.

Na Figura 3b, essas duas bandas não aparecem devido à eliminação de água no processo de expansão. Uma banda de intensidade forte é observada em  $946\text{ cm}^{-1}$  e  $964\text{ cm}^{-1}$ , referente a estiramento assimétrico de Si-O-Si e Si-O-Al das lamelas tetraédricas e octaédricas. Duas bandas de intensidade fraca são observadas em  $732\text{ cm}^{-1}$  e  $657\text{ cm}^{-1}$  (Figura 3a) e uma em  $666\text{ cm}^{-1}$  (Figura 3b) referentes as vibrações de deformação Al-OH e Al-O, respectivamente.

### 3.4 Teste Catalítico: Reação de Transesterificação

Na Tabela 4 estão apresentados os resultados de conversão para a reação de transesterificação.

Tabela 4 – Resultados de conversão da reação de transesterificação

	Conversão (%)	
	2 h	4 h
Éster	<b>74,34</b>	<b>15,25</b>
Monoglicerídeos	0,00	0,00
Diglicerídeos	25,66	7,15
Triglicerídeos	0,00	77,60
Total	100,00	100,00

A partir dos dados apresentados na Tabela 4, verificou-se que a reação conduzida em tempo menor (2 horas), utilizando como catalisador a vermiculita expandida, apresentou uma conversão de ésteres (74,34%). Por outro lado, para as reações conduzidas em tempo maior (4 h), houve uma diminuição na conversão de ésteres para 15,25%. O tempo de contato entre a emulsão formada pelo óleo com o metanol e a glicerina provavelmente favoreceu o processo de adsorção das espécies formadas e não reagidas nos espaçamentos interlamelares da vermiculita.

## 4. CONCLUSÕES

Através das análises de espectrofotometria na região do infravermelho, confirmou-se a ausência das bandas que caracterizam água na vermiculita expandida. Através das micrografias, observou-se o aumento dos espaçamentos interlamelares, com folhas bem delaminadas. O GE foi considerado satisfatório, uma vez que o seu resultado foi maior que 1

e, em decorrência disso, observou-se um aumento expressivo no volume do material em função da diminuição da massa. A melhor condição de operação foi no tempo de 2 h de reação, apresentando uma conversão de 74,34% de ésteres.

## 5. AGRADECIMENTOS

Os autores deste trabalho agradecem à CAPES/PET/DEQ/UFCG.

## 6. REFERÊNCIAS

GARCIA-SANCHO, C.; MORENO-TOST, R.; MÉRIDA-ROBLES, J. M.; GONZÁLEZ S. M.; J.; JIMÉNEZ-LÓPEZ, A.; MAIRELES-TORRES, P. *Niobium-containing MCM-41 silica catalysts for biodiesel production*. Appl Catal B-Environ, v. 108-109, p. 161-167, 2011.

GERIS, R.; SANTOS, N. A. C.; AMARAL, B. A.; MAIA, I. S., CASTRO, V. D.; CARVALHO, J. R. M.; *Biodiesel de Soja – Reação de Transesterificação para Aulas Práticas de Química Orgânica*. Quim Nova, vol. 30, n. 5, p. 1369-1373, 2007.

FELIZARDO, P.; NEIVA, C. M. J.; RAPOSO, I.; MENDES, J. F.; BERKEMEIER, R.; BORDADO, J. M. *Production of biodiesel from waste frying oils*. Waste Manage, v. 26, p. 487-494, 2006.

FRANÇA, S. C. A.; LUZ, A. B. *Utilização da vermiculita como adsorvente de compostos orgânicos poluentes da indústria do petróleo*. In: XIX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa. p. 547-553, Recife. 2002.

KULKARNI, M. G.; DALAI, A. K. *Waste cooking oil — an economical source for biodiesel: a review*. Ind Eng Chem Res, v. 45, p. 2901–2913, 2006.

MEHER, L. C.; SAGER, D. V.; NAIK, S. N. *Technical aspects of biodiesel production by transesterification - a review*. Renew Sust Energ Rev, v. 10, p. 248-268, 2006.

MARTINS, J.; *Vermiculita é transformada em mineral hidrofóbico*, por Mara Figueira, Ciência Hoje, Jornal do Brasil, Rio de Janeiro - RJ, 09/08/00.

SARMA, A. K.; SARMAH, J. K.; BARBORA, L.; KALITA, P.; CHATTERJEE, S.; MAHANTA, P. *et al. Recent inventions in biodiesel production and processing: a review*. Recent Patent Eng, 2008, p.58.

SHARMA, Y. C.; SINGH, B.; KORSTAD, J. *Latest developments on application of heterogenous basic catalysts for an efficient and ecofriendly synthesis of biodiesel: a review.* Fuel, v. 90, p. 1309-1324, 2011.

SINGH CHOUHAN, A. P.; SARMA, A. K. *Modern heterogeneous catalysts for biodiesel production: A comprehensive review.* Renew Sust Energ Rev, v. 15 p. 4378– 4399, 2011.