



Avaliação da Argila Bentonita como catalisador de transesterificação na síntese de Biodiesel.

Gabriel Henrique Capassi Nascimento
Gabrielly Mirella Dias Gonçalves
Geovana Bernadete Batista Morais
João Pedro Silva Tomé
Kassia Bernardo Santos
Thamirys da Rocha Carvalho
Orientador. Prof. Dr. Fabio Rizzo de Aguiar

RESUMO

O agravamento de problemas ambientais está, entre outros motivos, ligado à queima de combustíveis fósseis. Por esse motivo, iniciou-se uma busca por métodos alternativos que sustentem a demanda energética, à medida que agridam menos o meio ambiente. Assim, surgiram "biocombustíveis", combustíveis biodegradáveis e renováveis, obtidos através de biomassa vegetal ou animal. Como exemplo disso, por ser feito de matéria orgânica, o Biodiesel é considerado um combustível limpo e renovável, cuja principal função é ser a substituição do óleo diesel utilizado em automóveis pesados, a fim de gerar menos poluentes que o combustível convencional. Deste modo, o biodiesel é produzido a partir de uma reação de transesterificação, onde um álcool e um éster, ou um éster e um ácido, reagem para produzir outro éster. Paralelo a isso, o óleo vegetal empregado na cozinha causa — quando descartado de maneira incorreta — a morte de animais, contaminação de água e solo, além de atrasar e encarecer os tratamentos de água e esgoto. Neste sentido, o presente trabalho visa reutilizar óleo de cozinha em um processo de transesterificação mediada pela catálise heterogênea com argila bentonita, a fim de se obter biodiesel como produto. Para isso, 500 mL de óleo foram submetidos a filtração para a retirada de partículas sólidas em suspensão. Quanto a argila, as amostras foram desidratadas em mufla por 3 horas a 950°C. Além disso, um catalisador a base de hidróxido de potássio (KOH) e outro feito a partir das argilas bentonita foram sintetizados. Após isso, as amostras foram destinadas a cromatografia líquida de alta performance (CLAE/HPLC) para identificar os compostos presentes na amostra. Por fim, as amostras seguiram para um teste de chamas para identificar a presença de biodiesel, e os resíduos submetidos a tratamento.

Palavras-chave: Argila Bentonita. Transesterificação. Biodiesel.

ABSTRACT

The aggravation of environmental problems is, among other things, linked to the burning of fossil fuels. For this reason, a search has begun for alternative methods to sustain energy demand, while causing less damage to the environment. This gave rise to "biofuels", biodegradable and renewable fuels obtained from plant or animal biomass. As an example of this, because it is made from organic material, biodiesel is considered a clean and renewable fuel, whose main function is to replace the diesel oil used in heavy cars, in order to generate fewer pollutants than conventional fuel. Thus, biodiesel is produced from a transesterification reaction, where an alcohol and an ester, or an ester and an acid, react to produce another ester. At the same time, vegetable oil used in cooking causes - when disposed of incorrectly - the death of animals, contamination of water and soil, as well as delaying and increasing the cost of water and sewage treatment. With this in mind, this work aims to reuse cooking oil in a transesterification process mediated by heterogeneous catalysis with bentonite clay, in order to obtain biodiesel as a product. To do this, 500 mL of oil was filtered to remove suspended solid particles. As for the clay, the samples were dehydrated in a muffle furnace for 3 hours at 950°C. In addition, a catalyst based on potassium hydroxide (KOH) and another made from bentonite clays were synthesized. After this, the samples were sent for high-performance liquid chromatography (HPLC) to identify the compounds present in the sample. Finally, the samples were subjected to a flame test to identify the presence of biodiesel, and the waste was subjected to treatment.

Keywords: Bentonite Clay. Transesterification. Biodiesel.

¹ Curso Técnico em Química – ETEC Irmã Agostina
Av. Feliciano Correa s/n – Jardim Satélite - CEP 04815-240 - São Paulo – Brasil
*kassia.santos8@etec.sp.gov.br

1. INTRODUÇÃO

De acordo com a EMBRAPA o biodiesel é um combustível biodegradável renovável obtido através de um processo químico denominado "transesterificação" que, segundo Garcia (2006), é uma reação química na qual um álcool e um éster, ou um éster e um ácido, reagem para produzir outro éster.

Por ser feito de material orgânico, é considerado um combustível limpo e renovável cuja principal função é fazer a substituição do óleo diesel que é utilizado em automóveis pesados, gerando assim menos poluentes que o Diesel convencional.

Para isso, catalisadores — componentes capazes de alterar a velocidade da reação, tornando-a mais rápida, à medida que diminuem a energia de ativação, sem participarem diretamente da reação (ATKINS, 2017) — são empregados no processo. Esses catalisadores, por outro lado, podem influenciar negativamente a eficácia da reação, já que quando básicos, por exemplo, embora sejam mais eficientes que catalisadores ácidos, podem reagir com os ácidos graxos livres, formando sabão, e conseqüentemente, diminuem a eficiência da reação (JARDINE, et al. 2009).

A catálise pode ser homogênea, quando o catalisador está na mesma fase que o reagente, ou heterogênea, quando em fases distintas, na qual ocorre interação por adsorção, ou seja, pelas moléculas da superfície. (BROWN, 2016)

A argila bentonita é um argilo mineral que faz parte do grupo de esmectita, que é uma família de argilas com propriedades semelhantes. Tem como uma de suas características físicas a reação de expandir várias vezes o seu volume quando em contato com água, e dependendo do cátion presente pode chegar a expandir seus cristais a ponto de separar sua célula unitária. (LUZ 2008)

Ela pode ser empregada como catalisador, visto que apresenta elevada área superficial, além de ter como benefícios a fácil remoção e reutilização, simplicidade nos métodos de síntese do catalisador, possibilidade de reciclagem. (DA COSTA & DE ANDRADE LIMA 2012; NERIS, A. M. et al. 2015)

Neste sentido, este trabalho visa avaliar a capacidade catalítica da argila bentonita quando empregada na transesterificação etanoica de óleo vegetal residual para a produção de biodiesel e avaliá-lo qualitativamente, além de destinar o óleo e a argila residuais ao tratamento.

2. METODOLOGIA

Nesta seção, iremos mostrar os materiais utilizados e os métodos necessários para a realização deste trabalho.

2.1. MATERIAIS

Para fins analíticos foram utilizados os seguintes materiais, equipamentos e vidrarias:

Balança analítica, chapa de aquecimento; bandeja; béquer; balão volumétrico 10 mL; proveta (10 e 50 ml); frasco âmbar; pipeta Pasteur 1 ml; espátula com colher de aço inox; suporte universal, funil de separação, anel de ferro; seringa; pistilo; almofariz; Erlenmeyer; os procedimentos foram realizados com os seguintes reagentes: Água destilada, Metanol HPLC (Dinâmica), etanol P.A.(Synth), álcool cereais (Cere Álcool), Óleo Soja (Soya) e Óleo soja filtrado. Todas as vidrarias, equipamentos e reagentes utilizados na prática foram fornecidos pela estrutura da Escola Técnica Estadual Irmã Agostina.

2.2. MÉTODOS

2.2.1 TRATAMENTO DA ARGILA PURA

Foram separadas 3 porções de aproximadamente 20 g cada de Argila Bentonita, em seguida, as amostras foram levadas à mufla e permaneceram em 950°C por 3 horas. Após esse procedimento, as porções ficaram em repouso até esfriarem. Depois de esfriadas, foram pesadas a fim de definir o porcentual de água que foi perdido. Par foram mantidas em dessecador até sua utilização para que não absorvessem umidade do ambiente.

2.2.2 TRATAMENTO DO ÓLEO

Foram filtrados 500 mL de óleo vegetal residual coletado de um ambiente doméstico. Para fins de especificidade, atestamos que o óleo foi somente utilizado para fritar batatas. Utilizou-se uma peneira granulométrica de 60 mesh com a abertura de 25 mm, a fim de retirar partículas sólidas em suspensão. Após filtragem, foram separados 50 mL para análise através do método de Cromatografia Líquida de Alta Eficiência — CLAE. O óleo restante foi armazenado em um frasco para uso posterior.

2.2.3. SÍNTESE COM ARGILA BENTONITA COMO CATALISADORA

Foram feitas, ao todo, 2 reações (óleo residual e óleo limpo) nas proporções de 1:6 ($V_{\text{óleo}}/V_{\text{etanol}}$) com a argila pura. (GARCIA, 2006 - adaptado).

Inicialmente, pesou-se aproximadamente 0,4 g de catalisador que foi misturado a 10:60 mL de óleo e etanol, respectivamente. Permaneceu em agitação moderada e constante por quase 21 horas e para então realizar a filtração a vácuo a fim de separar a argila da amostra.

O filtrado foi colocado em um funil de decantação e a argila recuperada foi lavada com água e filtrada novamente para que fosse armazenada e posteriormente descartada. No funil de decantação foram separadas as fases oleicas e etanoicas.

2.2.4. SÍNTESE COM KOH COMO CATALISADOR PARA A TRANSESTERIFICAÇÃO

Inicialmente, foram pesados aproximadamente 0,2 g de Hidróxido de Potássio (KOH). As pérolas de KOH foram dissolvidas em 5 mL de etanol 93,8%. A reação, caracterizada por liberar energia em forma de calor, foi mediada em meio a uma bandeja com água. Após isso, 10 mL de óleo foram levados ao aquecimento, o Etóxido de Potássio feito foi adicionado. O conteúdo foi mantido em 45°C por 10 minutos sob agitação constante.

Posteriormente, a amostra foi colocada em um funil de separação a fim de separar as fases por decantação. A fase inferior recolhida foi levada a um processo de destilação a 80°C para retirar o álcool que não reagiu.

A fase superior foi submetida a uma lavagem com uma solução de Cloreto de Sódio (NaCl), para que ocorresse a quebra de emulsões, e retirada de água, visto que esta interfere na eficiência do processo.

2.2.5. TESTE DE CHAMAS

O teste de chamas foi feito para determinar se havia a possibilidade de as amostras apresentarem ou não biodiesel. O teste foi feito nas amostras de óleo limpo inferior, óleo residual inferior, óleo residual superior, com etanol e com KOH. Um cabo de Koller foi imerso nas amostras coletadas e posteriormente levado à chama do bico de Bunsen.

2.2.6. MÉTODO DE CROMATOGRAFIA LÍQUIDA DE ALTA EFICIÊNCIA.

Com o intuito de identificar substâncias presentes na amostra nas sínteses realizadas, foram feitas análises por CLAE. Foi utilizada uma coluna C18 como fase estacionária, e metanol (grau HPLC) como fase móvel. Dessa forma a análise teve continuidade com o volume de injeção 20 µL, fluxo de 0,7 mL/min, tempo de análise equivalente a aproximadamente 15 minutos.

Para o preparo das amostras que seriam analisadas pelo CLAE, foram separados balões volumétricos de 10 mL, na qual, adicionou-se aproximadamente 0,08 g (cerca de 3 gotas) das amostras obtidas após cada reação. As amostras foram diluídas e o menisco dos balões foram corrigidos utilizando n-hexano como solvente.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

3 amostras de argila bentonita foram pesadas em almofarizes:

Amostra	Massa de argila pesada
1	20,15 g
2	20,08 g
3	20,25 g



Figura 1. Aparência inicial da argila.

As amostras foram para a mufla e lá permaneceram por 3 horas a 950°C. Deste modo, após esse procedimento, a massa das amostras foram aferidas:

Amostra	Massa da argila após o procedimento	Porcentagem de água perdida
1	16,22 g	19,49%
2	14,79 g	26,30%
3	16,21 g	19,93%

Até a utilização, foram mantidas em um dissecador para que não absorvessem água do ambiente.

Síntese com argila bentonita como catalisadora

A síntese foi realizada em dois erlenmeyers, cada um contendo 60 mL de etanol e 0,4 g de argila. Além disso, 10 mL de óleo foram depositados em cada Erlenmeyer. O primeiro continha óleo limpo e o segundo, usado. A reação foi procedida sob agitação constante mediada por um agitador magnético. Notou-se que a cor que prevalecia nos sistemas era a cor laranja. Foi observado que o sistema de óleo limpo continha uma coloração mais intensa. Os sistemas foram mantidos em agitação e em meio reacional por 20 horas e 50 minutos. Posteriormente, uma filtração a vácuo foi realizada, separando a argila residual sólida — que foi destinada a potes com tampa — da parte líquida do conteúdo, que por apresentar duas fases, passou por um processo de separação em um funil de separação.

Deste modo, obtivemos 4 amostras:

CATÁLISE HETEROGÊNEA



Figura 3. Erlenmeyers e "subprodutos" gerados pela catálise heterogênea.



Figura 2. Coloração da argila após o processo descrito.

Síntese com KOH como catalisador

0,2 g de hidróxido de potássio foram dissolvidos em 5 mL de etanol, enquanto estavam sob agitação constante. Inicialmente, as amostras deveriam ser mantidas em até 45°C, contudo, por falta de estrutura, a temperatura não pôde ser controlada. A cor do sistema foi de um amarelo translúcido claro para um amarelado mais intenso, o que, segundo nossas referências, indicava a produção de biodiesel.

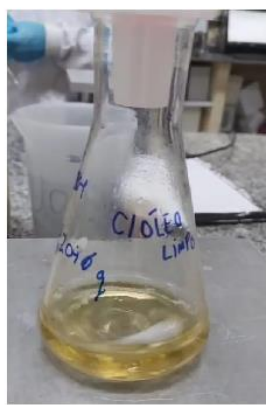
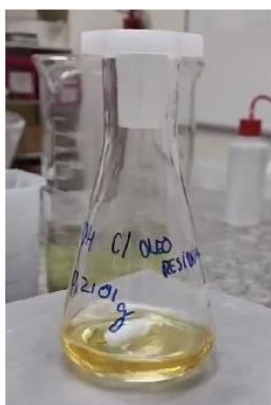


Figura 4. Coloração da reação antes e depois. Na imagem da esquerda é possível notar um tom amarelo brilhante, enquanto a direita, um tom mais escuro. Vale também um esclarecimento quanto os erlenmeyers da foto: o primeiro contém óleo residual e o segundo, limpo. Embora as imagens representem amostras diferentes, atestamos que a mudança de coloração ocorreu em ambos os casos na mesma faixa de tonalidade.

3.1 TESTE DE CHAMAS

Para averiguar a presença de biodiesel, as amostras de ambas as catálises foram submetidas ao teste de chamas. A presença desse composto é marcada pela queima imediata da amostra. As amostras começaram a queimar após aproximadamente 2 segundos de exposição e a queima persistiu mesmo após a retirada do cabo de Kole da região das chamas. Embora a queima tenha sido efetivada, ela não foi imediata, o que sugeriria a não existência de biodiesel ou sua baixa porcentagem na amostra.



Figura 5. teste de chamas sendo efetuado. Na imagem, é possível ver a queima de uma amostra sendo feita.

Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE)

Para uma melhor interpretação de dados, os cromatogramas coletados foram separados e sobreposições foram feitas:

Gráfico 1. óleo residual x óleo comum

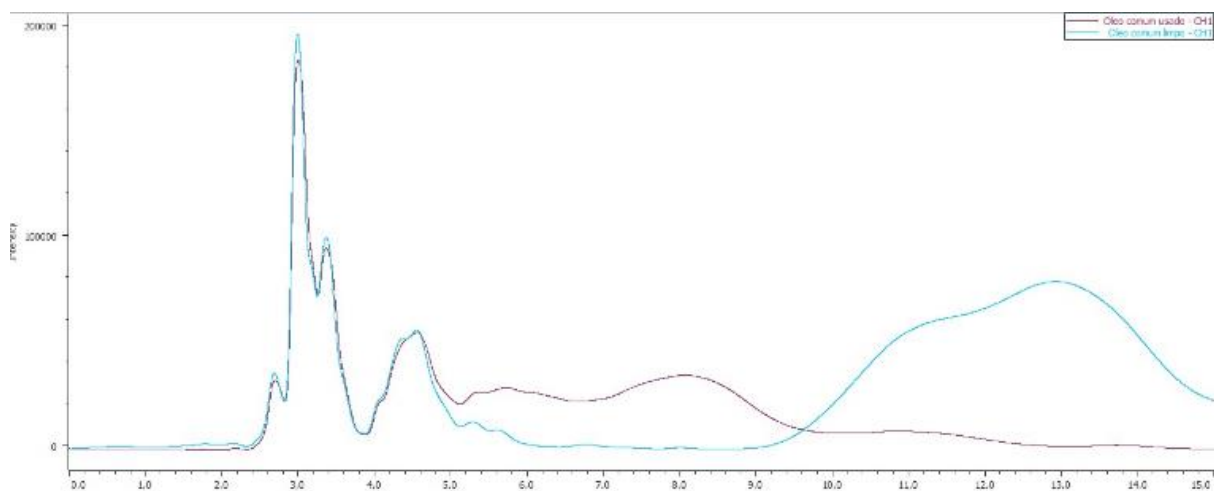


Gráfico 2. óleo residual da catálise heterogênea x óleo residual comum

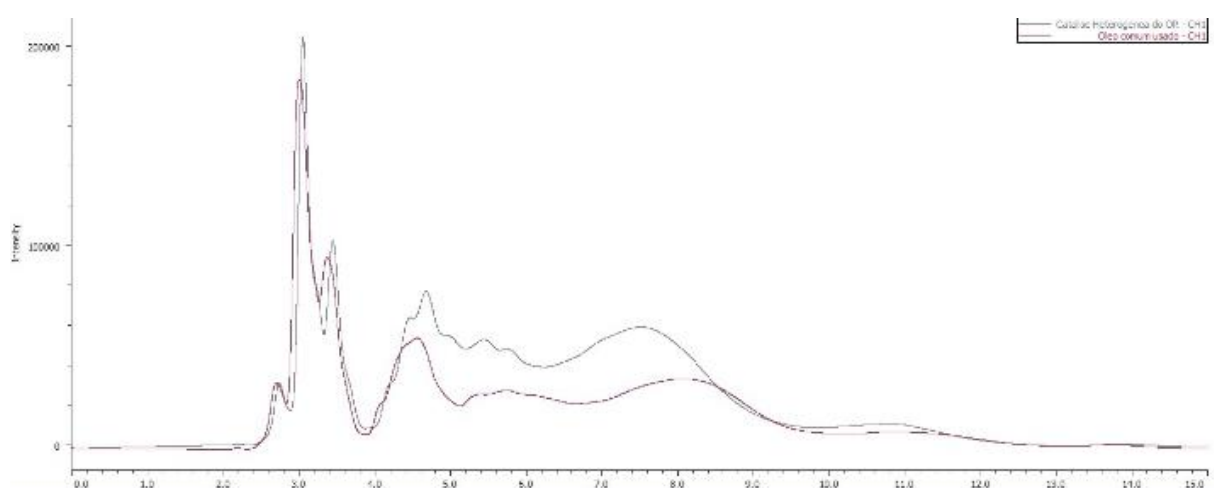


Gráfico 3. óleo residual x parte inferior óleo residual

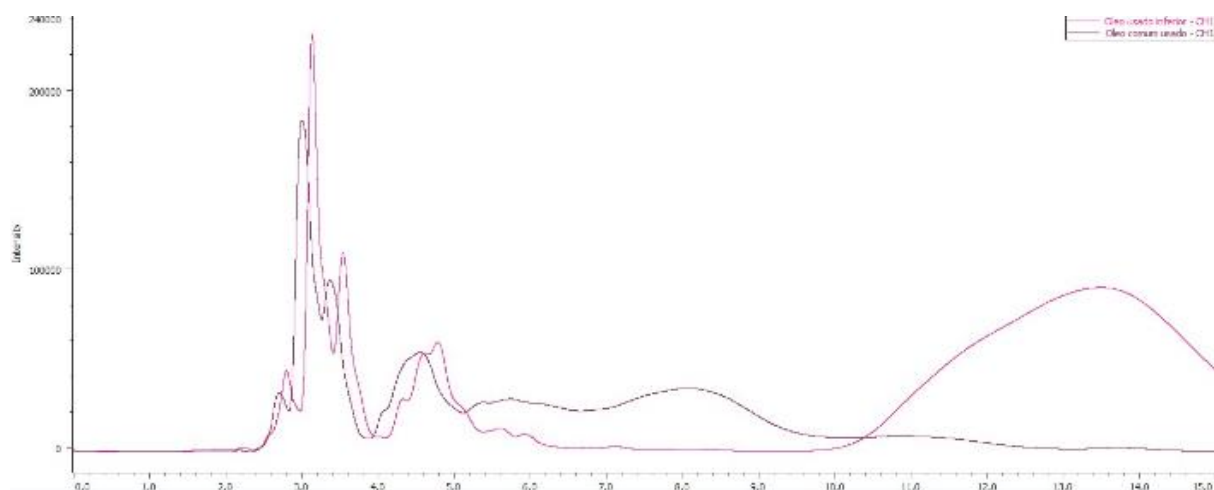


Gráfico 4. óleo residual x parte superior óleo residual

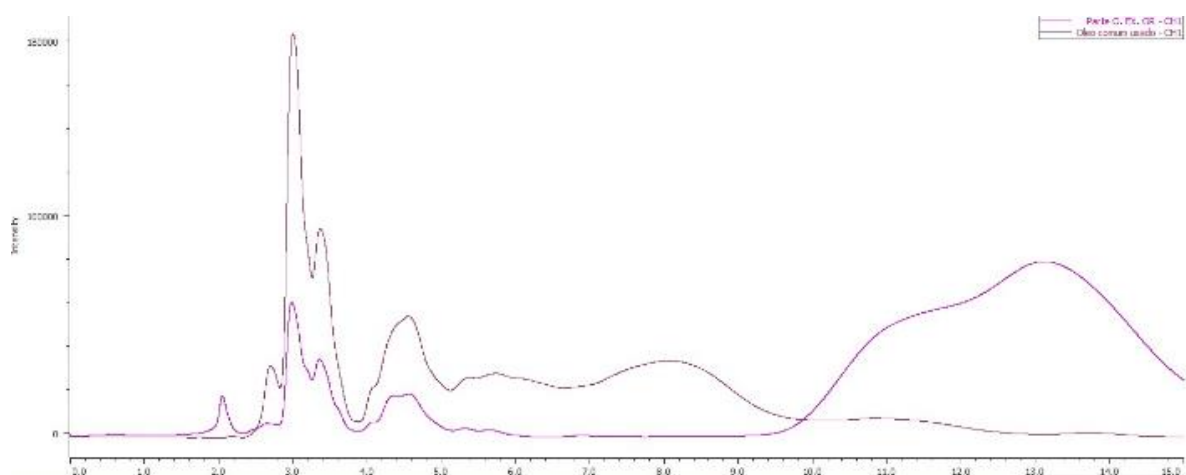


Gráfico 5. óleo comum x síntese com argila, óleo limpo

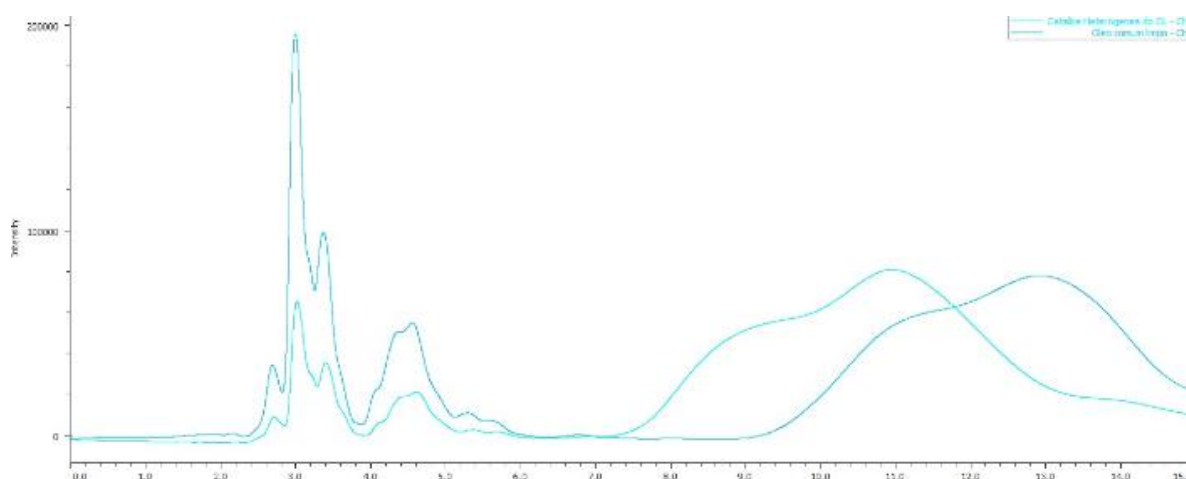


Gráfico 6. óleo comum x parte inferior óleo limpo

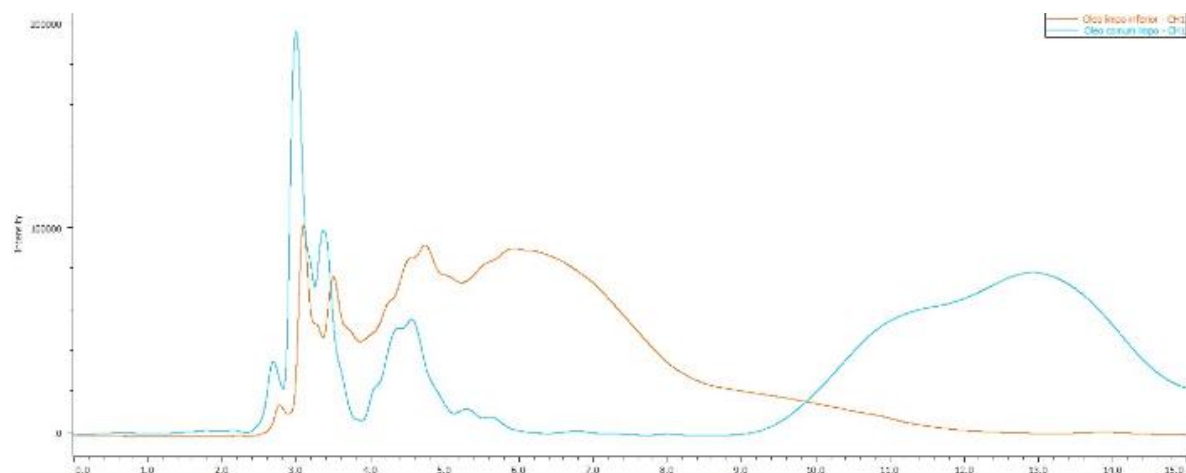
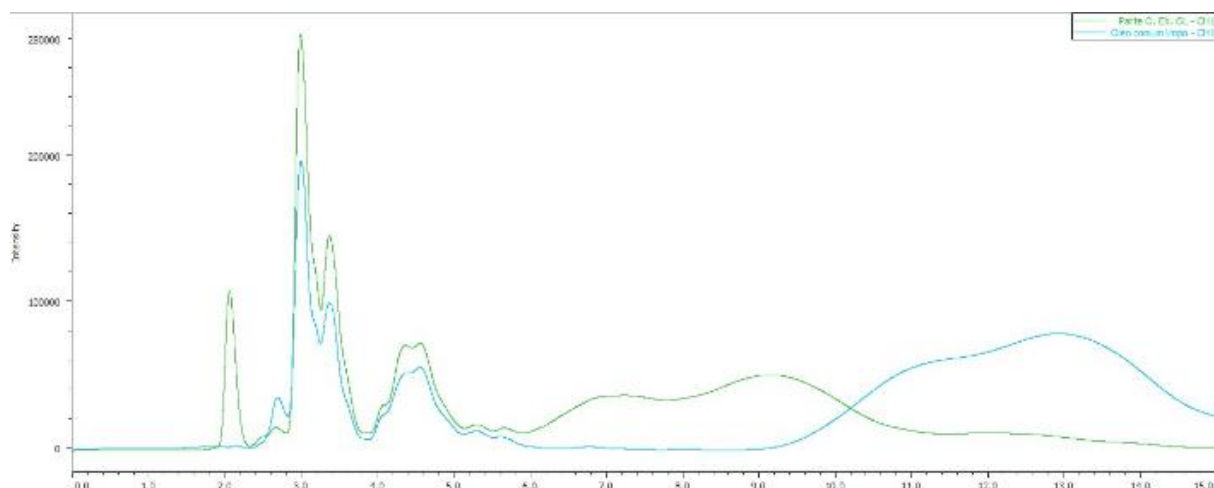


Gráfico 7. óleo comum x parte superior óleo limpo

Pelos dados de tempo de retenção obtidos a partir dos gráficos, é possível ver que todos apresentam picos semelhantes e tempos de retenção próximos. Portanto, quando comparado as análises dos óleos comuns limpo e usado, indica que não houve uma produção de biodiesel acentuada, evidenciado pela abundância de óleo presente em nossas amostras.

3.3 DESCARTE E TRATAMENTO DE RESÍDUOS

Foi realizado o tratamento da argila residual após o processo de transesterificação heterogênea. Para isso, ela foi lavada com água, filtrada e seca, sendo assim, foi possível o seu descarte em lixo comum sem algum tipo de contaminação ao público exposto a ele. A argila seca em mufla não utilizada também foi descartada em lixo comum.

Os óleos residuais foram todos depositados em um béquer de 600 mL. Foi homogeneizado para que o resíduo ficasse uniforme, após isso, foi acrescentado 0 ml de uma solução de Hidróxido de Sódio (NaOH) 50% a fim de que houvesse uma reação de saponificação nos óleos presentes. Por fim, o PH foi acertado em uma escala de 8, e o resíduo foi descartado na rede de esgoto.

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

O propósito principal deste estudo era sintetizar biodiesel por meio do processo de transesterificação com argila bentonita como catalisadora. Os objetivos específicos incluíam a realização de ensaios de transesterificação em meio etanoico e análises qualitativas usando HPLC e teste de chamas. No entanto, após discussão dos resultados, ficou evidente que o objetivo não foi alcançado de forma conclusiva.

Ao analisar os resultados discutidos, é possível inferir que a presença do óleo é mais predominante do que a do biodiesel. Observa-se nos cromatogramas de todas as amostras que o óleo se

via abundantemente presente, sugerindo que nenhuma das sínteses foi concluída com êxito.

AGRADECIMENTOS

Agradecemos ao divino pela orientação espiritual que concedeu neste momento desafiador. Somente Ele compreende a magnitude dos obstáculos enfrentados durante esta investigação de TCC. Houve momentos em que consideramos abandonar tudo, mas a fé nos sustentou.

Expressamos nossa gratidão a todos os professores da ETEC Irmã Agostina, cujas contribuições foram fundamentais para a realização deste trabalho. Seus ensinamentos foram essenciais para nossa formação acadêmica. Reconhecemos o Prof. Dr. Fábio Rizzo, nosso orientador, por nos conduzir neste percurso rumo à conclusão deste curso. Sem ele, nada disso seria viável. Agradecemos pelo tempo e dedicação dispensados em nossa pesquisa. O mundo carece de mais professores como você.

Não podemos deixar de expressar nossa gratidão aos nossos pais, que são nossa fonte eterna de apoio. Agradecemos não apenas pela força nos momentos difíceis, mas também por todo o auxílio na realização de nossos sonhos. Sem o suporte deles, não teríamos conseguido completar esta jornada. Eles foram nossa força ao longo do caminho e um modelo a ser seguido.

Também gostaríamos de agradecer aos nossos amigos, que estiveram ao nosso lado durante todo o curso. Vocês enfrentaram todos os desafios e dificuldades conosco, tornando tudo mais suportável. Sabíamos que sempre podíamos contar com vocês.

REFERÊNCIAS

- BROWN, T. L.; LEMAY JR., H. E.; BURSTEN, B. E.; BURDGE, J. R.; **Química a ciência central**; 13^a ed.; Pearson, 2016
- BRUNDTLAND, G H et al. **Nosso futuro comum; Comissão mundial sobre meio ambiente e desenvolvimento**. 2^a ed; Editora da Fundação Getúlio Vargas, 1991
- COIMBRA, P. A. **Preparação e Caracterização de Sistemas de Libertação Controlada de Fármacos com base em Polímeros de Origem Natural**. Faculdade de ciências e tecnologias, Universidade de Coimbra, Coimbra.
- COLLINS, C.H., BRAGA, G.L., BONATO, P.S. **Fundamentos de cromatografia**. Campinas: Editora da UNICAMP, 2006
- COSTA, Patrícia Pinto Kalil Gonçalves. **Catalisadores químicos utilizados na síntese de biodiesel**. Embrapa Agroenergia Brasília, DF, 2011.
- DA COSTA, Jonei Marques; DE ANDRADE LIMA, Luiz Rogério Pinho. **Argila bentonítica funcionalizada com potássio: caracterização e uso como catalisar para reação de transesterificação do óleo de algodão**. Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração, Universidade Federal da Bahia – UFBA, Salvador, BA, v. 18, p. 0-0, 2021.
- GARCIA, Camila M. **Transesterificação de óleos vegetais**. 2004. 120 f. Dissertação (Mestrado em Química Inorgânica) - Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química, Campinas, 2006.
- JARDINE, José G.; DISPATO, Ivanilde; PERES, Mariana R. **Considerações sobre biodiesel como biocombustível alternativo ao diesel**. Embrapa Informática Agropecuária, Campinas, SP. 2009.
- LUZ, Adão Benvindo da; OLIVEIRA, Cristiano Honório de. **Argila-bentonita**. 2^a Edição. CETEM, 2008.
- MANGONI, Ana Paula; DIAS, Patrícia Moura; CONSTANTINO, Vera R. Leopoldo. **A versatilidade das argilas e as propriedades dos sítios superficiais de interação**. Eclética Química, v. 40, p. 192-203, 2015
- MENEGHETTI, Simoni P.; MENEGHETTI, Mario Roberto; BRITO, Yariadner C. **A reação de transesterificação, algumas aplicações e obtenção de biodiesel**. Revista Virtual de Química, v. 5, n. 1, p. 63-73, 2013
- NERIS, A. M.; ARAÚJO, D.; CAVALCANTE, Y.; FARIAS, A. F. F.; MOURA, K. F., et al. **Avaliação de argilas pura e impregnada com SnO₂ como catalisador para a produção de biodiesel**. Cerâmica, v. 61, p. 323-327, 2015.
- NOIROJ, K; INTARAPONG, P; LUENGNARUEMITCHAI, A; JAI-IN, S (2011). **A comparative study of KOH/Al₂O₃ and KOH/NaY catalysts for biodiesel production via transesterification from palm oil**. Eusevier, **Renewable energy**, 34^a Ed, Número 4, 1145-1150.
- NOVAES, Patricia C.; MACHADO, Alexandre M. B.; LACERDA, Fábio V. **Consumo e Descarte do Óleo Comestível em um Município do sul de Minas Gerais/Consumption and Disposal of Edible Oil in a city of Southern Minas Gerais**. Revista Ciências em saúde, v. 4, n. 3, p. 33-40, Centro Universitário de Itajubá, Itajubá, MG. 2014.
- PERES, Terezinha B. **Noções básicas de cromatografia**. Biológico, São Paulo, v. 64, n. 2, p. 227-229, 2002.
- RODRIGUES, Amanda R. B.; FRANÇA, Fernanda S.; SILVA, Iracema B.; LIASETE, Jade G. S. El C.; SANTOS, Manoela S.; SALES, Maria A. R. **Síntese de biodiesel a partir de óleo residual de cozinha, utilizando argila como catalizador heterogêneo através da reação de transesterificação**. Curso Técnico em Química, ETEC Irmã Agostina, São Paulo, SP. 2019.
- SHRIVER, D. F.; Atkins, P.; **Química Inorgânica**, 4^aed; Bookman, 2008
- SILVA, José Alderir da. **Avaliação do programa nacional de produção e uso do biodiesel no Brasil–PNPB**. Revista de Política Agrícola, v. 22, n. 3, p. 18-31, 2013.
- TEIXEIRA-NETO, E.; TEIXEIRA-NETO, A. A. **Modificação química de argilas: desafios científicos e tecnológicos para obtenção de novos produtos com maior valor agregado**. Quim. Nova, v. 32, n. 3, 809-817, 2009.