Avaliação das condições de reação de transesterificação usando catalisador heterogêneo magnético básico por metodologia de superfície de resposta

Hiarla C. L. dos Santos1\*, Matheus A. Gonçalves1, Vicente da S. Lima2, Klemerson L. da Silva1, Thaissa S. Ribeiro1, Orlando da Silva Neto, Geraldo N. da Rocha Filho1, Leyvison R. V. da Conceição1.

1 Departamento de Química, Universidade Federal do Pará (UFPA).

2 Departamento de Engenharia de Materiais, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará (IFPA).

\* hiarlacristina@gmail.com.

Resumo/Abstract

RESUMO - Esta pesquisa foca no desenvolvimento de um catalisador heterogêneo básico magnético, utilizando NaAlO2 como espécie ativa suportada em um material magnético CuFe2O4, para a produção de biodiesel. O catalisador 25-NaAlO2/CuFe2O4 foi caracterizado pela técnica Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FT-IR). Para a otimização do teor de éster do biodiesel, o Delineamento Fatorial Composto Central (DFCC) integrado à Metodologia de Superfície de Resposta (MSR) foi empregado para avaliar o efeito da temperatura de reação, razão molar MeOH:óleo, concentração de catalisador e tempo de reação. O modelo de regressão apresentou R2 = 0,9394 e atingiu teor de éster máximo de 95,9% atribuído ao biodiesel obtido nas seguintes condições ótimas de reação: temperatura de 95 ºC, razão molar MeOH:óleo de 13:1, concentração de catalisador de 8% e tempo de 60 min. Por fim, este estudo revela o catalisador NaAlO2/CuFe2O4 como uma alternativa promissora para a produção de um biocombustível sustentável.

*Palavras-chave: Catalisador magnético, ferrita de cobre, aluminato de sódio, transesterificação, biodiesel.*

ABSTRACT - This research focuses on the development of a basic heterogeneous magnetic catalyst, using NaAlO2 as active species supported on a CuFe2O4 magnetic material, for biodiesel production. The characteristics of the best performing 25-NaAlO2/CuFe2O4 catalyst were elucidated by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR). For the optimization of biodiesel’s ester content, Factorial Central Composite Design (FCCD) integrated with Response Surface Methodology (RSM) was employed to evaluate the effect of reaction temperature, MeOH:oil molar ratio, catalyst dosage and reaction time. The regression model showed R2 = 0.9394 and achieved maximum ester content of 95.9% attributed to biodiesel obtained under the following optimal reaction conditions: temperature of 95 °C, MeOH:oil molar ratio of 13:1, catalyst concentration of 8%, and time of 60 min. Finally, this study reveals the NaAlO2­/CuFe2O4 catalyst as a promising alternative to produce a sustainable biofuel.

*Keywords: Magnetic catalyst, copper ferrite, sodium aluminate, transesterification, biodiesel.*

## Introdução

O emprego de catalisadores heterogêneos sólidos é notável na produção de biodiesel por tornar o processo mais sustentável e econômico, pois viabiliza a etapa de separação do catalisador e sua reutilização nos ciclos de reação consecutivos (1). Uma nova classe de catalisadores heterogêneos baseados na utilização de suportes com propriedades magnéticas para a produção de biodiesel tem atraído atenção. A separação magnética é uma abordagem simples e fácil que permite a separação do catalisador pela aplicação de um campo magnético externo, mesmo em meios reacionais viscosos (2).

Portanto, o potencial do catalisador NaAlO2/CuFe2O4 na conversão do óleo de soja em biodiesel metílico foi testado e otimizado por técnica de MSR-DFCC.

## Experimental

*Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FT-IR)*

Os grupos funcionais presentes nos materiais NaAlO2, CuFe2O4 e NaAlO2/CuFe2O4 foram detectados por FT-IR utilizando o Espetrômetro Prestige 21, modelo Shimadzu na faixa espectral de análise de 1800–400 cm-1, com resolução de 4 cm-1 e 32 varreduras.

*Reação de transesterificação*

Os testes catalíticos foram conduzidos em multireator Parr 5000, com agitação fixa em 700 rpm, utilizando óleo de soja e metanol. Os biodieseis foram avaliados quanto ao seu teor de éster em Cromatografia Gasosa (CG-FID).

*Planejamento experimental e metodologia de superfície de resposta*

A otimização e avaliação do impacto das variáveis na reação de transesterificação foi realizada de acordo com o Delineamento Composto de Face Centrada (DFCC 24), analisando 4 fatores em 2 níveis (-1 e +1). Esse estudo estatístico foi composto de 29 experimentos. As variáveis independentes estudadas foram: temperatura de reação, razão molar MeOH:óleo, concentração de catalisador e tempo de reação. A variável dependente (resposta) foi o teor de éster (TE). Os intervalos estudados com os valores reais das variáveis dependentes são sumarizados na Tabela 1.

**Tabela 1.** Variáveis independentes e níveis do planejamento.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Variável | Intervalo e nível | | |
| -1 | 0 | +1 |
| Temperatura (ºC) | 60 | 90 | 120 |
| Razão molar MeOH:óleo | 9:1 | 15:1 | 21:1 |
| Concentração de catalisador (%) | 2 | 6 | 10 |
| Tempo (min) | 30 | 60 | 90 |

## Resultados e Discussão

*FT-IR*

O espectro do catalisador 25-NaAlO2/CuFe2O4 (Figura 1) apresentou bandas de absorção características da CuFe2O4 em 439 cm-1 e 575 cm-1 atribuídas a vibrações de alongamento da ligação metal-oxigênio localizadas nos sítios octaédricos e tetraédricos da estrutura espinélica, respectivamente. As bandas de absorções que ocorreram em torno de 460 cm-1, 880 cm-1 e 1440 cm-1 são características das vibrações das ligações O―Na―O, O―O e do ânion CO32-, confirmando qualitativamente a presença de NaAlO2 no suporte magnético CuFe2O4.

Gráfico

Descrição gerada automaticamente

**Figura 1.** Espectros de FT-IR do NaAlO2, CuFe2O4 e 25-NaAlO2/CuFe2O4.

*Metodologia de Superfície de Resposta*

Os gráficos de superfície de resposta 3D são representados na Figura 2. Cada gráfico de superfície de resposta é plotado em função de duas variáveis independentes, enquanto as outras duas variáveis são mantidas em seus pontos centrais (0). As curvas 3D representam o teor de éster.

Gráfico, Gráfico de superfície

Descrição gerada automaticamente

**Figura 2.** Gráficos de superfície de resposta.

O modelo desenvolvido (R2 = 0,9394) tem como objetivo de otimizar as variáveis que influenciam a reação de transesterificação utilizando o catalisador magnético 25-NaAlO2/CuFe2O4, dentro dos domínios superiores e inferiores de cada fator estudado. A função de desejabilidade de Derringer revelou a condição ótima de reação: temperatura de reação de 95 ºC, razão molar MeOH:óleo de 13:1, concentração de catalisador de 8% e tempo de reação de 60 min, para obtenção de biodiesel com valor predito de 98,34% e valor experimental de 95,9% de teor de éster (erro relativo < 5%).

## Conclusões

Esta investigação forneceu um catalisador heterogêneo magnético básico promissor para a síntese de biodiesel que reúne características importantes para o processo como excelente desempenho catalítico e fácil recuperação.

## Agradecimentos

Ao LCO/UFPA, ao LAPAC/UFPA e a CAPES.

## Referências

1. M.N.B. Mohiddin; Y.H. Tan; Y.X. Seow; J. Kansedo; N.M. Mubarak; M.O. Abdullah; Y.S. Chan; M. Khalid, *J. Ind. Eng. Chem.* **2021,** *98,* 60-81.
2. W. Xie; J. Li, *Renewable Sustainable Energy Rev.* **2023,** *171,* 113017.