SÍNTESE DE BIODIESEL DE ÓLEO DE FRITURA USANDO CATALISADOR SÓLIDO ÁCIDO MAGNÉTICO A PARTIR DE REJEITO AGROINDUSTRIAL

Matheus A. Gonçalves1\*, Hiarla C.L. Santos1, Vicente S. Lima2, Klemerson L. Silva1, Thaissa S. Ribeiro1, Emilly V. Marques1, Gustavo F. Leal1, Geraldo N.R. Filho1, Leyvison R.V. Conceição1.

1Laboratório de Catálise e Óleoquímica, Universidade Federal do Pará

*2Laboratório de Catálise e Óleoquímica, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Pará, Campus Bélem.*

*\*matheusarrais38@gmail.com*

Resumo/Abstract (Helvética, tam. 12)

RESUMO - No presente estudo, um novo catalisador sólido ácido magnético composto por cinza de casca de arroz (CCA, um sólido residual da agricultura) magnetizada com ferrita de cobalto (CoFe2O4) e impregnada com MoO3, foi sintetizado e aplicado na reação de transesterificação metílica do óleo residual de fritura (WCO) para produção de biodiesel. Utilizou-se o método de síntese via úmida e o catalisador foi caracterizado por meio das seguintes técnicas: Difração de raios-X (DRX), Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) e Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM). Os resultados experimentais revelaram que a aplicação do catalisador MoO3/RHA-CoFe2O4 resultou na obtenção de um biodiesel com 94,6% de teor de éster nas seguintes condições reacionais otimizadas: temperatura de 160 °C, razão molar methanol:óleo de 20:1, dosagem de catalisador de 6 % e tempo reacional de 3 h. Além disso, o catalisador apresentou caráter bifuncional (catalítico e magnético) e elevada estabilidade após dez ciclos reacionais, com teor de éster acima de 70%, indicando seu elevado potencial para desenvolvimento e aplicação.

*Palavras-chave: Biodiesel, catalisador magnético, ferrita de cobalto, cinza de casca de arroz, óxido de molibdênio.*

ABSTRACT - In the present study, a novel solid magnetic acid catalyst composed of rice husk ash (RHA, a residual solid from agriculture) magnetized with cobalt ferrite (CoFe2O4) and impregnated with MoO3, was synthesized and applied in the methyl transesterification reaction of waste cooking oil (WCO) for biodiesel production. The wet synthesis method was used and the catalyst was characterized using the following techniques: X-ray diffraction (XRD), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) and Vibrating Sample Magnetometer (VSM). The experimental results revealed that the application of the MoO3/RHA-CoFe2O4 catalyst resulted in obtaining a biodiesel with 94.6% ester content under the following optimized reaction conditions: temperature of 160 °C, methanol:oil molar ratio of 20:1, catalyst dosage of 6 wt.% and reaction time of 3 h. The catalyst was also found to have a high percentage of ester content. In addition, the catalyst presented bifunctional character (catalytic and magnetic) and high stability after ten reaction cycles, with ester content above 70%, indicating its high potential for development and application.

*Keywords: Biodiesel, magnetic catalyst, cobalt ferrite, rice husk ash, molybdenum oxide.*

## Introdução

O biodiesel, definido como ésteres alquílicos, vem chamando atenção como um combustível renovável, uma vez que surge como uma alternativa de energia limpa de grande potencial, devido ao fato de ser obtido a partir da conversão de biomassa e apresentar características similares ao óleo diesel de petróleo (1,2). Nesse sentido, no presente estudo, um novo catalisador sólido ácido magnético composto por cinza de casca de arroz (rejeito agroindustrial) magnetizada com ferrita de cobalto (CoFe2O4) e impregnada com MoO3, foi sintetizado e aplicado na reação de transesterificação metílica do óleo residual de fritura (WCO) para produção de biodiesel.

## Experimental

*Síntese da Ferrita de Cobalto (CoFe2O4)*

A ferrita de cobalto foi sintetizada pelo método de coprecipitação, de acordo com metodologia adotada por Dos Santos et al. (2), com adaptações. O processo de síntese consiste de quatro etapas, sendo a Etapa 1 a mistura, em 100 mL de água, de Co(NO3)2.6H2O e FeCl3 em uma razão molar Fe:Co=2, seguida da adição de HNO3 até pH=3 e, subsequentemente NaOH (4 mol L-1) para ocorrer a precipatação em pH=12. Em seguida, o sistema foi mantido em agitação mecânica e aquecimento por 4 h à 80 °C. Nas etapas 2 e 3, ocorreram, respectivamente, a filtração e lavagem do produto obtido até pH=7, seguido da secagem do material precipitado em estufa por 12 h à 80 °C. Por fim, na etapa 4, o material precipitado foi calcinado à 800 °C/3 h, a fim de se obter a CoFe2O4.

*Síntese do catalisador (MoO3/RHA-CoFe2O4)*

O catalisador MoO3/RHA-CoFe2O4 foi preparado pelo método de impregnação via úmida, de acordo com metodologia adotada por Dos Santos et al. (2). Primeiramente, na etapa de impregnação, adicionou-se em um béquer contendo 40 mL de água, 1 g de cinza de casca de arroz (RHA) e uma quantidade de CoFe2O4, em uma relação de 30% com a massa de RHA, previamente adicionada. Em seguida, adicionou-se uma determinada quantidade de (NH4)6Mo7O24 4⋅H2O, a fim de se obter um catalisador com teor do metal molibdenio de 30%. O sistema foi mantido em agitação mecânica por 3 h à temperatura ambiente. Posteriormente, o material foi seco em estufa por 12 h à 80 °C. Por fim, na etapa 3, o material foi calcinado à 450 °C/2 h, a fim de se obter o catalisador.

Resultados e Discussão

*DRX*

Os difratogramas de raios-X referentes ao MoO3, CoFe2O4, RHA e 30-MoO3/RHA-CoFe2O4 são mostrados na Fig. 1. O difratograma referente ao MoO3 evidencia a presença de picos relacionados às estruturas polimórficas hexagonal (h-MoO3) em 36,4˚, 41,4˚, 46,6˚, 61,9˚ e 62,6˚, e ortorrômbica (α-MoO3) em 33,4˚, 38,4˚, 45,8˚, 48,8˚, 53,3˚, 66,4˚, 73,9˚ e 78,5˚ do MoO3. O difratograma referente ao CoFe2O4 mostrou a presença de picos em 29,1˚, 43,2˚, 49,2˚, 50,2˚, 59˚ e 60,3˚, o que confirma a estrutura espinélio com face cúbica de face centrada da ferrita CoFe2O4. No difratograma referente ao RHA, percebe-se a predominância do padrão de difração amorfo, o que é característico da sílica amorfa, elemento abundante na composição da RHA. No difratograma relativo ao catalisador 30-MoO3/RHA-CoFe2O4 há a ocorrência de picos característicos do MoO3 e CoFe2O4, o que indica a presença destes materiais no catalisador.

**Figura 1.** Difratogramas de DRX do MoO3, CCA, CoFe2O4 e 30-MoO3/RHA-CoFe2O4.

## *VSM*

Percebe-se o comportamento ferromagnético para CoFe2O4 e 30-MoO3/RHA-CoFe2O4 com os seus valores da magnetização de saturação (Ms) sendo 12,7 emu g-1 e 7,0 emu g-1, respectivamente. O valor de Ms obtido para o catalisador é suficiente para separação do catalisador 30-MoO3/RHA-CoFe2O4 por meio da aplicação de um campo magnético, como visto na Figura 2.



**Figura 2.** Curvas de Histerese da CoFe2O4 e catalisador.

## *Estudo do reuso do catalisador*

## Percebe-se a obtenção de 94,6% de teor de éster para o biodiesel produzido no primeiro ciclo reacional e a manutenção do teor de ester nos biodieseis acima de 70,0% ao longo de 10 ciclos reacionais, o que indica elevada estabilidade catalítica do catalisador estudado.



**Figura 3.** Estudo de reuso do catalisador.

## Conclusões

Verificou-se o caráter bifunctional do catalisador sintetizado, o que proporcionou a obtenção de um biodiesel com 94,6% de teor de éster nas seguintes condições reacionais não otimizadas: 160,0 °C de temperatura reacional, razão molar metanol:WCO de 20:1, dosagem de catalisador de 6,0 % e tempo reacional de 3,0 h.

## Agradecimentos

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

## Referências

1. W. Xie; J. Li, *Renewable Sustainable Energy Rev.* **2023,** *171,* 113017.
2. H.C.L. Dos Santos; M.A. Gonçalves; A.C. Viegas; B.A.M. Figueira; P.T.S. Luz; G.N.R. Filho; L.R.V. Conceição. *RSC Adv*. **2022**, 12, 34614.