



Química Experimental Avançada

Síntese de biodiesel a partir da transesterificação de óleos vegetais com catalisador recuperado

1º semestre de 2023

Objetivos

Síntese de biodiesel (BD) a partir da transesterificação entre óleo de babaçu e óleo de caroço de algodão (OCA) e etanol, catalisada por uma resina aniônica macro reticulada básica. Através da quimiometria, determinar a dependência do rendimento de BD sobre as variáveis experimentais (tempo e razão molar EtOH/óleo).

Procedimento experimental da síntese

Notas

- 1- **Tratamento da resina:** Após o uso do catalisador nas sínteses anteriores, a reativação da resina foi feita por agitação em solução básica, lavada com água e em sequência seca com aquecimento brando em vácuo para remoção completa da água.
- 2- **Manuseio do EtOH absoluto:** *Todo o manuseio de etanol absoluto deve ser feito rapidamente com mínimo de contato com a umidade atmosférica. O balão deve ser sempre marcado (G1, G2...etc).*
- 3- **Purificação do BD:** Após a reação, a etapa de remoção do EtOH em excesso, e a glicerina produzida é fundamental para o sucesso da experiência. A presença de qualquer um destes compostos dá falso resultado de rendimento de BD.
- 4- **O óleo vegetal:** *Os grupos G1 a G4 usarão o óleo de babaçu (OB); os grupos G5 a G8 usarão o óleo de caroço de algodão (OCA).*

i- Síntese do biodiesel

Pré-aqueça um banho de etilenoglicol a 90 ± 5 °C. Enquanto o banho estiver aquecendo, prepare o balão da reação. Como indicado, a resina está reativada para uso, que será preciso pesar e transferir ao balão da reação (essa etapa pode ser feita como anteriormente: tarar a balança com o balão e com a ajuda de um funil, assentar fora da balança a maior quantidade possível de resina

e, caso necessário, transferir o restante total com o volume exato de álcool). Os volumes de etanol absoluto constam nas **Tabelas 1** (OB) e **2** (OCA).

Ainda *fora do banho*, após todo catalisador e álcool no balão, adicione o OB, ou OCA. Colocados os reagentes, preparar a montagem para refluxo. Assim que o banho atingir a temperatura desejada (90 ± 5 °C), inicie a experiência pela inserção do balão no banho, comece a contar o tempo indicado nas **Tabelas 1 e 2 logo que o EtOH começa a refluxar**.

ii- Separação e purificação do biodiesel

Ao final do tempo indicado na **Tabela**, retirar o balão do banho de aquecimento, esfriar até ca. 40 °C em banho de água + gelo, filtrar a resina usando papel de *filtragem rápida* e colocar a mesma no recipiente marcado para sua reciclagem.

Adicionar à mistura 0,5 mL de água destilada e resfriar a mesma até ca. 20 °C. Se dentro de 5-10 minutos houve separação das fases, remove a fase oleosa (BD + óleo vegetal residual), e procede para a purificação. Se não, acelere a separação das fases por centrifugação; 5000 RPM durante 15 minutos (equipamento no laboratório 0463 de B4 superior).

Após a separação das fases, remove o EtOH e glicerina da seguinte maneira: Realize a primeira lavagem com 50 mL de solução 10% de NaCl com agitação *branda* e recolha o biodiesel após 5 minutos. Repita a lavagem *por mais três vezes*, cada com 50 mL de água destilada, agora com agitação forte e espera de 5 minutos para a separação das fases. A água dessas lavagens pode ser descartada. Em todas as lavagens, não se preocupe com o aspecto turvo/leitoso da fase oleosa.

Após a última lavagem, a mistura (BD + óleo residual) é seca da seguinte maneira: Em um funil de Büchner pequeno colocar uma camada de MgSO₄ anidro, concentrada no centro de papel de *filtração rápida*. Gotejar a fase oleosa *devagar e cuidadosamente* na camada de MgSO₄ e coletar o produto (BD + óleo residual) no kitasato. Transfira o produto para um tubo tipo Falcon de 50 mL marcado, e entregue aos monitores. Sucesso!