

SÍNTESE, CARACTERIZAÇÃO E AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE CATALÍTICA DO ALUMINATO DE COBALTO PREPARADO PELO MÉTODO POLIOL MODIFICADO NA OBTENÇÃO DE BIODIESEL

P. G. P. Moraes*, M. A. L. Nobre, S. Lanfredi

Faculdade de Ciências e Tecnologia – FCT
Universidade Estadual Paulista
Departamento de Física, Química e Biologia – DFQB
Laboratório de Compósitos e Cerâmicas Funcionais – LaCCeF
R. Roberto Simonsen 305, C. P. 467, Presidente Prudente, SP 19060-080
* paulaglazielli@gmail.com

RESUMO

Neste trabalho foram investigadas a preparação e a caracterização estrutural de nanopós de aluminato de Cobalto, obtidos pelo Método Poliol Modificado, bem como a avaliação da sua atividade catalítica na obtenção de Biodiesel. Os pós obtidos foram caracterizados por espectroscopia vibracional de absorção na região do infravermelho e difratometria de raios X, sendo os parâmetros estruturais determinados a partir do refinamento estrutural pelo método de Rietveld empregando o programa FullProf. Os materiais apresentaram uma única fase cristalina de simetria cúbica e grupo espacial $Fd\bar{3}m$, correspondente à fase espinélio. Para estudo da atividade catalítica do aluminato de cobalto, na produção de biodiesel, foram realizados ensaios utilizando razão molar óleo/álcool 1:40 e 5% de catalisador.

Palavras-chaves: CoAl_2O_4 ; método de Rietveld; transesterificação; catálise heterogênea; biodiesel.

INTRODUÇÃO

A conscientização da contaminação do meio ambiente tem sido cada vez mais crescente e, atualmente, a degradação ambiental é uma das maiores preocupações da humanidade. Em consequência disto, novas normas e legislações estão sendo adotadas, como por exemplo, a que exige a incorporação de biodiesel no diesel de petróleo ⁽¹⁾.

O biodiesel é um combustível renovável, biodegradável, ambientalmente benigno e que pode substituir eficientemente o diesel fóssil, fornecendo uma possível solução frente à crise de esgotamento de petróleo e degradação ambiental. Este biocombustível é constituído de ésteres alquílicos de ácidos graxos e, tradicionalmente é produzido através de uma reação de transesterificação de óleos e gorduras com álcool. Nesta reação um mol de triglicerídeo reage com três mols de um álcool de cadeia curta, geralmente metanol ou etanol anidro, na presença de catalisador homogêneo ou heterogêneo, gerando ésteres de ácidos graxos e glicerol, de acordo com a Figura 1 ⁽²⁾.

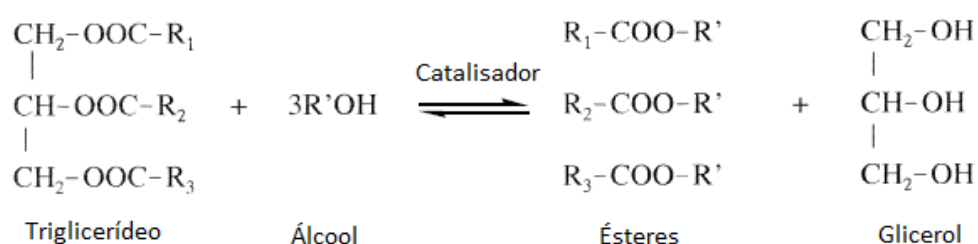


Figura 1- Transesterificação de Triglicerídeo com álcool na presença de um catalisador ⁽³⁾.

Convencionalmente, a catálise básica homogênea tem sido a tecnologia mais empregada para produção de biodiesel. Entretanto, nos últimos anos, há uma forte tendência à heterogeneização, tentando-se tornar processos catalíticos industriais homogêneos em heterogêneos. Isto porque catalisadores sólidos apresentam maior facilidade operacional, como por exemplo, maior intervalo de temperatura, fácil remoção do catalisador do meio reacional, além de poderem ser reutilizáveis e não apresentarem muitos problemas quanto ao descarte ⁽⁴⁾.

Devido a inúmeras aplicações em diversas áreas da indústria química, os catalisadores heterogêneos, à base de óxidos metálicos, têm despertado grande interesse. Muitos óxidos contendo íons de metais de transição têm sido utilizados em inúmeros processos industriais como oxidações, reduções e catálises ácidas ou básicas ⁽⁵⁾. A catálise heterogênea, para produção de biodiesel, tem sido muito investigada e os óxidos metálicos vêm desempenhando um papel de grande importância nesse processo. Dentre esses materiais, pode-se citar os aluminatos com estrutura tipo espinélio. Aluminatos nanocristalinos possuem importantes aplicações em várias áreas tais como, pigmentos, sensores, fotocatalise e principalmente na catálise heterogênea ^(6, 7).

O aluminato de cobalto (CoAl_2O_4) é um óxido com estrutura de espinélio normal, na qual os íons Co^{+2} ocupam um oitavo dos sítios tetraédricos intersticiais e os íons Al^{+3} ocupam metade dos sítios octaédricos. Este óxido tem recebido atenção, devido principalmente à sua característica particular de alta atividade catalítica e às suas várias aplicações tecnológicas ^(7, 8).

Neste contexto, o presente trabalho consiste no estudo do processamento, caracterização, propriedades e análise do potencial catalítico do aluminato de cobalto na produção de biodiesel.

MATERIAIS E MÉTODOS

Síntese e Caracterização dos Catalisadores

As nanopartículas de aluminato de cobalto foram preparadas pelo Método Poliol Modificado. Tal método apresenta como vantagens a presença de reduzida fração orgânica e a possibilidade de preparação de quantidades razoáveis de material em uma batelada, além de insumos de baixo custo e possibilidade de preparação de nanopós nanocristalinos ⁽⁹⁾.

Os reagentes de partida para a síntese do precursor do aluminato de cobalto, utilizando o método poliol modificado foram: ácido nítrico (HNO_3), nitrato de alumínio nonahidratado ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$), óxido de cobalto (Co_3O_4) e etilenoglicol ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$). O pó precursor foi calcinado a 500 °C, 800 °C e a 1000 °C por 2 horas em atmosfera de ar estático. Após tratamento térmico os pós obtidos foram caracterizados por espectroscopia vibracional de absorção na região do infravermelho, utilizando um espectrômetro da marca Digilab modelo Excalibur FTS 3100 HE série FTIR com periférico de reflectância difusa. O intervalo espectral de medida foi de 4000 – 400 cm^{-1} . A caracterização estrutural foi realizada por difratometria de raios X, utilizando um difratômetro SHIMADZU (modelo XRD-6000) com radiação $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$) e um monocristal de grafite no intervalo de $20^\circ \leq 2\theta \leq 100^\circ$. Os parâmetros estruturais foram determinados a partir do refinamento estrutural pelo método de Rietveld empregando o programa FullProf. A partir dos dados cristalográficos obtidos foi possível construir a estrutura dos materiais sintetizados, utilizando o programa Diamond[®].

Teste Catalítico

Para estudo da atividade catalítica dos nanopós de aluminato de cobalto, na produção de biodiesel, partiu-se da reação de transesterificação etílica do óleo de soja refinado comercial. Primeiramente, o catalisador CoAl_2O_4 foi tratado termicamente a uma temperatura de 200 °C por 1h, afim de se remover moléculas de água adsorvidas, bem como outras impurezas na superfície do material, de forma a liberar os sítios ativos ali presentes. A reação foi conduzida em um sistema constituído de balão de fundo redondo equipado com condensador e termômetro, sob pressão atmosférica, agitação magnética, aquecimento (78 °C) e refluxo por um período de 8 horas. Ao sistema reacional foram adicionadas as quantidades de óleo e álcool de acordo com a razão molar óleo/álcool 1:40, e 5% de catalisador (m/m) em relação à massa de óleo. Para a confirmação da conversão do óleo de soja em biodiesel, de maneira qualitativa, utilizou-se a técnica de espectroscopia vibracional de absorção na região do infravermelho.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Análises de espectroscopia de absorção na região do infravermelho foram realizadas para identificar as ligações químicas dos pós de espinélio obtidos. Os espectros vibracionais do aluminato de cobalto obtido pelo método poliol modificado, em diferentes temperaturas de tratamento térmico, são apresentados na Figura 2. As amostras apresentam bandas largas no intervalo de 3250-3650 cm^{-1} relacionadas com os modos de estiramento $\nu(\text{OH})$ e deformação $\delta(\text{OHO})$, que podem ser atribuídas à moléculas de água provavelmente adsorvidas na superfície dos materiais. À medida que a temperatura de calcinação aumenta é possível observar que essas bandas diminuem de intensidade.

Em todas as amostras investigadas pode-se observar um conjunto de bandas em torno de 2350 cm^{-1} , associadas ao estiramento simétrico do dióxido de carbono $\nu_s(\text{C=O})$, presente na atmosfera de medida. No intervalo de 1300 cm^{-1} a 1550 cm^{-1} , as bandas de pequena intensidade, observadas abaixo de 800 °C, podem ser associadas às ligações $\nu_s(\text{C-C})$, $\nu_s(\text{C-O})$ e $\nu_s(\text{C=O})$, o que indica a presença de uma pequena fração de matéria orgânica não decomposta do pó precursor. Essas vibrações diminuem de intensidade com o aumento da temperatura de tratamento

térmico. Ainda, os espectros mostram bandas abaixo de 800 cm^{-1} , características de CoAl_2O_4 com estrutura tipo espinélio.

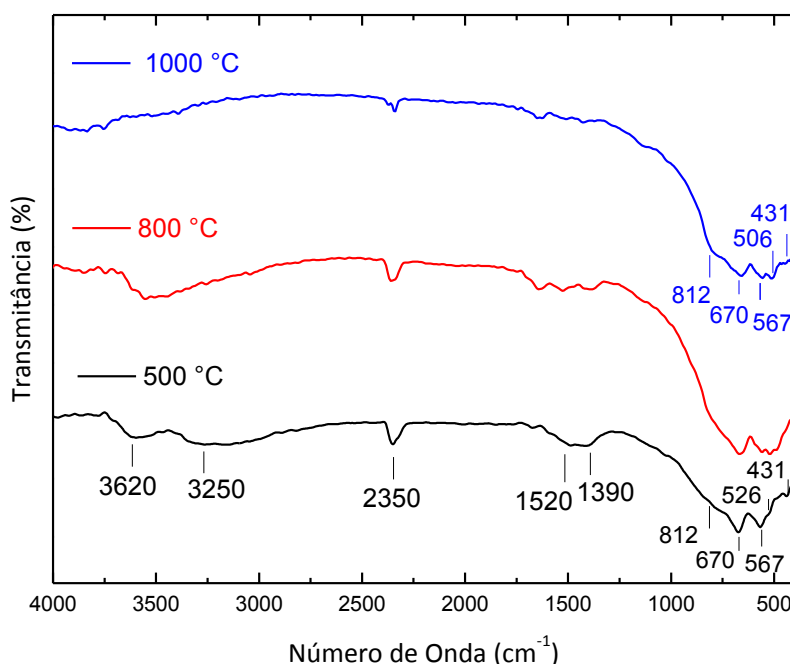


Figura 2- Espectros vibracionais na região do infravermelho das amostras de CoAl_2O_4 obtidas pelo método poli-ol modificado e calcinadas em diferentes temperaturas.

De acordo com a literatura, para o átomo de alumínio hexacoordenado (AlO_6), os modos de estiramento e deformação da ligação Al–O são identificados, respectivamente, entre 500 cm^{-1} e 700 cm^{-1} e entre 330 cm^{-1} e 450 cm^{-1} . Por outro lado, se o cátion for tetracoordenado, as bandas de estiramento são observadas na região de 700 cm^{-1} a 850 cm^{-1} e os modos de deformação entre 250 cm^{-1} e 320 cm^{-1} ⁽¹⁰⁾. Assim, para todas as amostras investigadas, pode-se observar bandas na região em torno de 670 cm^{-1} , 567 cm^{-1} , $505\text{--}530\text{ cm}^{-1}$ e 431 cm^{-1} , onde a presença desta última é devido ao modo de deformação da ligação Al–O. As bandas em torno de 670 cm^{-1} e 567 cm^{-1} estão relacionadas aos modos de estiramento da ligação Al–O em poliedros, onde o íon Al^{+3} ocupa um sítio octaédrico (AlO_6) ^(11, 12). As bandas observadas por volta de $505\text{--}530\text{ cm}^{-1}$ são atribuídas à vibração de alongamento da ligação Co–O dos tetraedros de CoO_4 ⁽¹²⁾. Ainda, pode-se observar um ombro na região entre 700 cm^{-1} e 860 cm^{-1} , o qual pode ser relacionado aos íons Al^{+3} em coordenação tetraédrica. Estas bandas, de baixa intensidade, sugere um pequeno grau de inversão na estrutura espinélio ^(10, 11).

A evolução do grau de cristalinidade do pó precursor de CoAl_2O_4 , com o tratamento térmico realizado nas temperaturas de 500 °C, 800 °C e 1000 °C pode ser observada nos difratogramas apresentados na Figura 3. Com o aumento da temperatura de calcinação observa-se um aumento da cristalinidade, verificada pela diminuição da largura dos picos de difração e um aumento da intensidade relativa. Este fato ocorre devido à diminuição do caráter amorfo em função de variações no tamanho médio de cristalito, bem como a diminuição no grau de desordem.

Através dos dados de difração de raios X foi calculado o tamanho médio de cristalito (D_w) para os materiais sintetizados, utilizando a equação de Scherrer (Equação A).

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (\text{A})$$

Onde D é o tamanho médio de cristalito, k é a constante de proporcionalidade, que depende da forma das partículas ($k = 0,89$), λ é o comprimento de onda da radiação do Cu ($1,5406 \text{ \AA}$), β é a largura a meia altura do pico corrigida e θ o ângulo correspondente à difração. O tamanho médio de cristalito obtido para o pó de CoAl_2O_4 calcinado a 500 °C, 800 °C e 1000 °C por 2 horas foi igual a 7,5 nm, 12,5 nm e 29 nm, respectivamente.

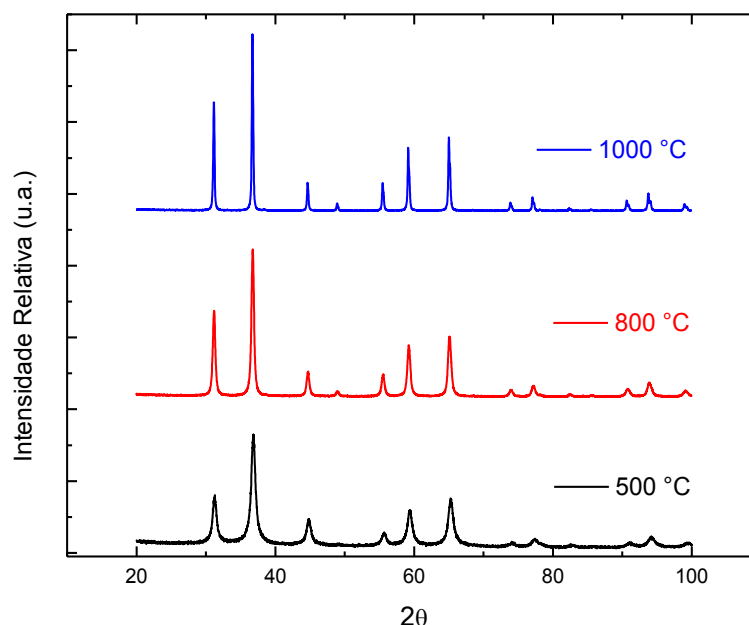


Figura 3- Difratogramas de raios X do pó precursor de CoAl_2O_4 calcinado a 500 °C, 800 °C e 1000 °C por 2 horas

Os difratogramas obtidos indicam a presença de uma única fase cristalina de simetria cúbica, identificada pela ficha JCPDS: 44-0160 ⁽¹³⁾, correspondente à fase espinélio. A obtenção de nanopós monofásicos de CoAl_2O_4 , até mesmo a 500 °C, mostra que a escolha pelo método poliol modificado foi adequada. Ainda, a temperatura de obtenção do CoAl_2O_4 neste trabalho foi menor, quando comparada com a temperatura de obtenção do CoAl_2O_4 pelos métodos convencionais ⁽¹⁴⁾.

Os parâmetros estruturais dos materiais sintetizados foram determinados pelo método de Rietveld. Este método é utilizado no refinamento de estruturas cristalinas, a partir do ajuste dos dados obtidos pela difração de raios X e dos dados calculados por meio de um modelo fenomenológico, utilizando o método dos mínimos quadrados. O objetivo do método de Rietveld é refinar os valores dos parâmetros estruturais da amostra em pó com os dados de difração, bem como obter os parâmetros que caracterizam a forma dos perfis dos picos de difração ⁽¹⁵⁾.

O refinamento estrutural foi realizado utilizando a plataforma *WinPlotr* da Suite FullProff considerando o grupo espacial $Fd3m$ (nº 227). A figura 4 mostra o Gráfico de Rietveld, observado, calculado e suas diferenças, obtido após refinamento estrutural do precursor do CoAl_2O_4 calcinado a 1000 °C por 2 horas.

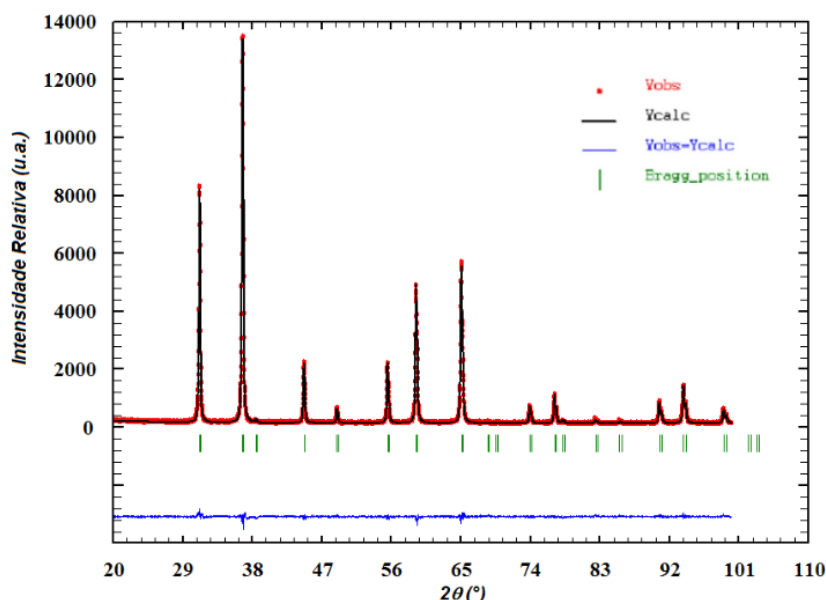


Figura 4- Gráfico de Rietveld do pó precursor do CoAl_2O_4 , calcinado a 1000 °C por 2 horas.

Uma boa correlação do ajuste do perfil, entre a curva teórica e experimental, foi obtida para o pó precursor de CoAl_2O_4 calcinado a 1000 °C por 2 horas. A pequena variação ao longo do ângulo de difração confirma a obtenção do pó de CoAl_2O_4

monofásico e cristalino. Os parâmetros de cela obtidos para o CoAl_2O_4 são próximos aos encontrados na literatura para esse material ⁽¹³⁾. Os dados cristalográficos e os índices R_{Bragg} , R_{F} , cR_{p} e cR_{wp} e χ^2 , obtidos a partir do refinamento para os aluminatos sintetizados, são mostrados na Tabela 1. Todos os indicadores estatísticos de qualidade do refinamento estrutural encontrados para os materiais estudados apresentam valores satisfatórios, indicando que o modelo estrutural adotado é adequado. Nota-se também que o aumento da temperatura de tratamento térmico leva a um aumento dos parâmetros de rede, o que pode sugerir uma expansão da rede cristalina quando a temperatura de calcinação é aumentada.

Tabela 1- Dados estruturais e índices de refinamento dos pós de aluminato de cobalto, obtidos pelo método poliol modificado, e calcinados em diferentes temperaturas por 2h.

Dados Cristalográficos do CoAl_2O_4			
Temperatura (°C)	500 °C	800 °C	1000 °C
Sistema Cristalino	Cúbico	Cúbico	Cúbico
Grupo Espacial	$Fd3m$ (n°227)	$Fd3m$ (n°227)	$Fd3m$ (n°227)
a = b = c [Å]	8,0784	8,0941	8,1010
V [Å ³]	527,2	530,3	531,6
Programa	FullProf	FullProf	FullProf
Função para nível de fundo	Polinomial-ordem 5	Polinomial-ordem 5	Polinomial-ordem 5
Função para formato de pico	Pseudo-Voigt	Pseudo-Voigt	Pseudo-Voigt
R_{Bragg} (%)	4,82	2,72	2,57
R_{F} (%)	3,52	2,32	3,61
cR_{p} (%)	12,6	11,1	8,01
cR_{wp} (%)	13,1	11,8	9,49
χ^2	1,57	2,43	1,85

A partir dos parâmetros cristalográficos, obtidos do refinamento estrutural pelo método de Rietveld (parâmetros de cela, grupo espacial, coordenadas atômicas, ocupação relativa), foi possível construir a estrutura cristalográfica dos compostos investigados utilizando o programa Diamond 3.2[®]. A representação obtida da cela unitária do CoAl_2O_4 tratado termicamente a 1000 °C é mostrada na Figura 5.

A caracterização estrutural dos materiais investigados mostrou que o melhor grau de refinamento foi obtido com ambos os sítios octaedrais e tetraedrais ocupados por íons Co^{2+} e Al^{3+} , indicando que há certo grau de inversão da estrutura tipo espinélio, como foi constatado nas análises de espectroscopia de absorção na região do infravermelho.

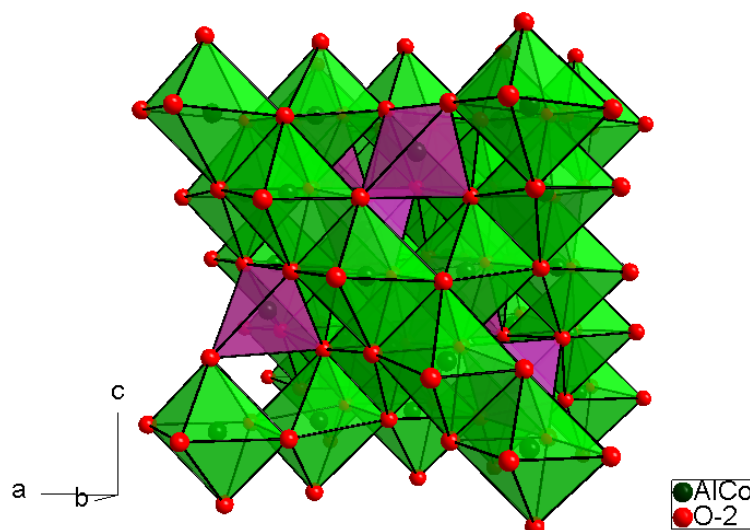


Figura 5- Representação da cela unitária do precursor do CoAl_2O_4 tratado termicamente a $1000\text{ }^\circ\text{C}$ por 2 horas.

A análise dos produtos reacionais, por espectroscopia vibracional na região do infravermelho, obtidos na presença do catalisador de CoAl_2O_4 , calcinado a $1000\text{ }^\circ\text{C}$ por 2 horas, por um período de reação de 8 horas, é apresentada na figura 6. Para comparação, nesta mesma figura também é mostrado o espectro do óleo de soja comercial utilizado na reação.

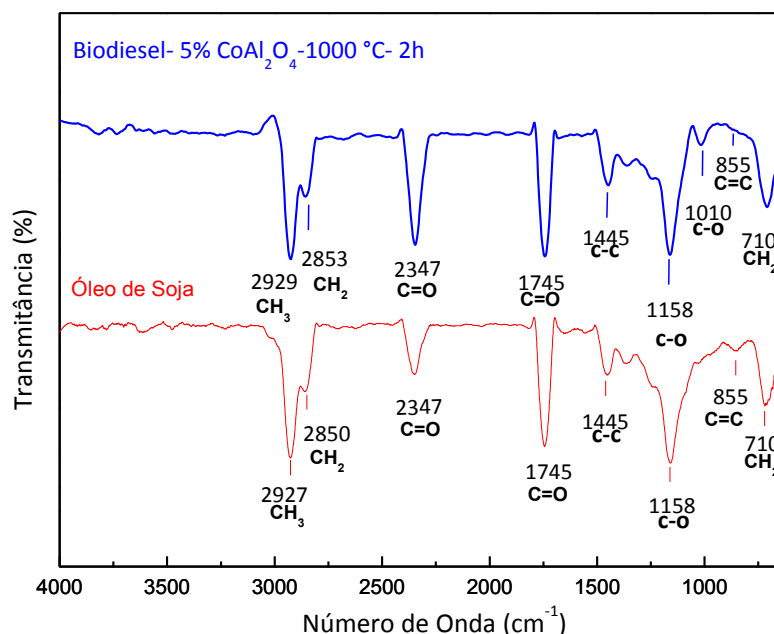


Figura 6- Espectros de Infravermelho do óleo de soja comercial e da fração denominada *biodiesel* obtida na presença de CoAl_2O_4 calcinado a $1000\text{ }^\circ\text{C}$ por 2h, com tempo reacional de 8h.

Na figura 6, pode-se observar a grande semelhança química que existe entre os triglicerídeos constituintes do óleo de soja e do produto reacional, provavelmente

composto de ésteres etílicos. Essencialmente, as amostras apresentam uma banda de absorção, com intensidade forte, na região de 2930 cm^{-1} referente aos modos de estiramento simétrico e assimétrico das ligações C–H de grupos CH_3 , seguida de uma banda de intensidade média em torno de 2850 cm^{-1} atribuída aos modos de estiramento simétrico e assimétrico das ligações C–H de grupos CH_2 . A banda na região de 2350 cm^{-1} aparece em ambas as amostra e pode estar associada ao estiramento simétrico do dióxido de carbono $\nu_s(\text{C}=\text{O})$, presente na atmosfera de medida. As bandas abaixo de 1250 cm^{-1} apresentam-se associadas às deformações angulares assimétricas e simétricas fora do plano para CH_2 (710 cm^{-1}) com intensidades medianas, e ao estiramento assimétrico associado ao grupamento funcional de ésteres ($\nu_{\text{as}}[\text{CH}_2(\text{C}=\text{O})\text{OCH}_3]$), com bandas de absorção em 1745 cm^{-1} e em 1158 cm^{-1} , de forte e média intensidades, respectivamente. No entanto, no espectro da fração denominada *biodiesel* pode-se observar, além das bandas também existentes no espectro do óleo de soja, o surgimento de uma nova banda de baixa intensidade na região de 1010 cm^{-1} , o que pode ser um indicativo de que ocorreu a transesterificação do óleo de soja em biodiesel. Bandas de absorção na região entre $1000\text{-}1090\text{ cm}^{-1}$ são relativas ao estiramento da ligação C–O não acoplada de ésteres de alcoóis primários^(16, 17, 18).

CONCLUSÕES

Pós nanométricos e monofásicos de CoAl_2O_4 foram obtidos a partir do método poliol modificado em diferentes temperaturas. Os difratogramas obtidos indicam a presença de uma única fase cristalina de simetria cúbica e grupo espacial $Fd3m$ correspondente à fase espinélio. Análises de espectroscopia de absorção na região do infravermelho dos pós de CoAl_2O_4 mostraram bandas, abaixo de 800 cm^{-1} , características de CoAl_2O_4 com estrutura tipo espinélio. Todas as amostras apresentaram certo grau de inversão, identificado pelas análises de espectroscopia de absorção na região do infravermelho e pelo refinamento estrutural. O espectro de infravermelho da fração denominada *biodiesel* apresentou bandas referentes à deformação axial da ligação C=O, além de uma banda fraca, adicional ao espectro do óleo e soja, na região de 1010 cm^{-1} , característica de ésteres de alcoóis primários, indicando que o CoAl_2O_4 é cataliticamente ativo para produção de biodiesel nas condições reacionais empregadas.

REFERÊNCIAS

- (1) AMBROZIN, A. R. P.; *et al.* Corrosão Metálica Associada ao uso de Combustíveis minerais e Biocombustíveis. **Química Nova**, Vol. 32, n. 7, p. 1910 (2009).
- (2) ZABETI, M.; DAUD, W. M. A. W.; AROUA, M. K.; Activity of Solid Catalyst for Biodiesel production: A review. **Fuel Processing Technology**. Vol. 90, p. 770 (2009).
- (3) MA, F.; HANNA, M. A.; Biodiesel Production: a review. **Bioresource Technology**. Vol. 70, p. 1 (1999).
- (4) MORENO, E. L.; RAJAGOPAL, K.; Desafios da Acidez na Catálise em Estado Sólido. **Química Nova**. vol. 32, p. 538 (2009).
- (5) GANAPATI, Y. D.; JAYESH N. J.; Sulfated Zirconia and its Modified Versions as promising Catalysts for Industrial Processes. **Microporous and Mesoporous Materials**. Vol. 33, p. 1 (1999).
- (6) BAYAL, N.; JEEVANANDAM, P.; Synthesis of Metal Aluminate nanoparticles by Sol-gel Method and studies on their reactivity. **Journal of Alloys and Compounds**. vol. 516, p. 27 (2012).
- (7) UMMARTYOTIN, S.; *et. al.* Cobalt Aluminate (CoAl_2O_4) Derived from Co-Al-TEA Complex and Its Dielectric Behaviors. **Journal of Sustainable Energy and Environment**. vol. 1, p. 31 (2009).
- (8) MARIN, S. J.; O'KEEFFE, M.; PARTIN D. E.; Structures and Crystal Chemistry of Ordered Spinels: LiFe_5O_8 , LiZnNbO_4 , and Zn_2TiO_4 . **Journal of Solid State Chemistry**. vol. 113, p. 413 (1994).
- (9) LANFREDI, S.; BRITO, I. A. O.; POLINI, C.; NOBRE, M. A. L.; Deriving The Magnitude Of Niobium Off-Center Displacement in Ferroelectric Niobates From Infrared Spectroscopy. **Journal of Applied Spectroscopy**, vol. 79, p.254, (2012).
- (10) MAZZA, D.; VALLINO, D. M.; BUSCA, G.; Mullite-type structures in the systems $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Me}_2\text{O}$ (Me= Na, K) and $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_2\text{O}_3$, **Journal of the American Ceramic Society**. vol. 75, p. 1929 (1992).
- (11) SILVA, A. A.; Estudo das Propriedades Ópticas e Estruturais de Espinélios do Tipo ZnAl_2O_4 contendo Eu^{+3} ou Tb^{+3} . (2008), 82p. Dissertação (Mestrado em Química). Universidade Estadual Paulista, UNESP- São Paulo.
- (12) LEE, G. Y. *et al.* The preparation of blue CoAl_2O_4 powders by the malonate method: The effect of the amount of malonic acid used, the formation pathway of CoAl_2O_4 crystallites and the characteristics of the prepared powders, **Bulletin of the Korean Chemical Society**. Vol. 30, p. 373 (2009).

- (13) JCPDS – International Centre for Diffraction Data. **PCPDFWIN v. 2.1** Copyright© JCPDS-ICDD. 2000.
- (14) CHEMLAL, S.; *et. al.* Cobalt Spinel CoAl_2O_4 via sol-gel Process: Elaboration and surface properties. **Materials Research Bulletin**. vol. 35, p. 2515 (2000).
- (15) MIKARO, C.; GENOVA, D. H. M.; NOBRE, M. A. L.; LANFREDI, S.; Contribuição Das Ligações Níbio-Oxigênio Na Distorção Octaedral em Niobato de Potássio e Estrôncio Dopado com Níquel, *In: 54º Congresso Brasileiro de Cerâmica*, 2010, Foz do Iguaçu, PR, Bra.
- (16) SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X.; KIEMLE D. J. Spectrometric Identification of Organic Compounds. New York: **John Wiley & Sons**, (2005).
- (17) ALMEIDA, E. W. C.; *et. al.*, Estudo Teórico e Experimental de Espectros Infravermelho de Ésteres de Ácido Graxo Presentes na Composição do Biodiesel de Soja. **Química Nova**. vol. 35, n. 9, p. 1752 (2012).
- (18) SILVA, G. A. M.; *et. al.*, Physico-chemical, Spectroscopical and Thermal Characterization of Biodiesel Obtained by Enzymatic Route as a Tool to Select the Most Efficient Immobilized Lipase. **Brazilian Journal os Chemical Engineering**, vol. 29, n. 01, p. 39 (2012).

**SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND EVALUATION OF CATALYTIC
ACTIVITY OF COBALT ALUMINATE PREPARED BY THE MODIFIED POLYOL
METHOD FOR OBTAINING BIODIESEL**

ABSTRACT

In this work were investigated the preparation and structural characterization of cobalt aluminate nanopowders obtained by chemical synthesis from Modified Polyol Method, as well as evaluation of their catalytic activity for obtaining biodiesel. The powders obtained were characterized by means of infrared spectroscopy and X-ray diffraction. The structural parameters were determined from the structural refinement by the Rietveld method using the FullProf program. The materials synthesized showed a single crystalline phase of cubic symmetry and space group $Fd3m$, corresponding to the spinel phase. To study the catalytic activity of cobalt aluminate for biodiesel production were performed assays using molar ratio of oil / alcohol 1:40 and 5% catalyst.

KEYWORDS: CoAl_2O_4 ; not-stoichiometry, Spinel structure; Rietveld method.