

## AVALIAÇÃO DAS CONDIÇÕES DE PROCESSAMENTO NA TRANSESTERIFICAÇÃO PARA BIODIESEL UTILIZANDO O CATALISADOR NANOMAGNÉTICO $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$

Dantas, J.<sup>1a,\*</sup>; Silva, F. N.<sup>1b</sup>; Pereira, K. R. O.<sup>1c</sup>; Silva, A. S.<sup>1d</sup>;  
Costa, A. C. F. M.<sup>1e</sup>

<sup>1</sup>Laboratório de Síntese de Materiais Cerâmicos (LabSMaC) – Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais – Universidade Federal de Campina Grande/UFCG  
Av. Aprígio Veloso - 882, Bodocongó, 58109-970, Campina Grande - PB, Brasil.

\*joeldadantas@yahoo.com.br

### RESUMO

*Catalisadores magnéticos são facilmente removidos do processo reacional, reduzindo assim a geração de efluentes. Diante disso, o trabalho propõe avaliar o desempenho do catalisador nanomagnético  $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$  na reação de transesterificação do óleo de soja para produzir biodiesel, variando condições de processamento (temperatura, razão molar óleo:álcool e quantidade de catalisador) na reação catalítica. O catalisador foi sintetizado por reação de combustão e caracterizado por DRX, BET, medidas magnéticas e cromatografia gasosa. Os resultados revelaram a formação da fase espinélio inverso tipo  $B(AB)_2O_4$ , apresentando isoterma de perfil classificado como tipo V, com loop de histerese tipo 3 (H3), e área superficial de  $48,39 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ . A curva de histerese magnética apresentou comportamento característico de material magnético mole, com valor de magnetização de saturação de 55 emu/g. As análises cromatográficas confirmaram que as nanopartículas magnéticas são cataliticamente ativas e que as condições de processamento influenciam diretamente na conversão do biodiesel.*

**Palavras-Chave:** catalisador  $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ , transesterificação, processamento, biodiesel.

### INTRODUÇÃO

Vários países relataram recentemente um rápido progresso na pesquisa e no desenvolvimento de combustíveis oriundos de fontes renováveis, dos quais

se destacam o bioetanol, biogás, biodiesel, bio-óleo. O biodiesel destaca-se como um biocombustível promissor devido ao seu caráter renovável, à baixa toxicidade e baixa emissão de gases poluentes, tais como compostos nitrogenado e sulfurosos.

Dentre os principais desafios que as empresas de pesquisas industriais têm enfrentado na atualidade, está o desenvolvimento de catalisadores para fabricação de biodiesel, que apresentem juntamente alta atividade e seletividade nas reações químicas de transesterificação e esterificação. Fazendo uso de tais reações para obtenção de biodiesel, destaca-se os estudos de Dantas *et al.* <sup>(1)</sup>, onde mediante a esterificação metílica do óleo de algodão, o uso da nanoferrita  $Ni_{0,4}Cu_{0,1}Zn_{0,5}Fe_2O_4$  resultou em conversões dos ácidos graxos em éster de 78 a 90%, e Dantas *et al.* <sup>(2)</sup> que mediante a reação de transesterificação obtiveram conversões de 13 e 50% para as nanoferritas  $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$  e  $Ni_{0,1}Cu_{0,4}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ , respectivamente, indicando que a amostra com presença do cobre foi 26% mais efetiva, sendo portanto um catalisador promissor para a reação de transesterificação, que visa a obtenção de biodiesel.

Catalisadores heterogêneos a base de óxidos ternários com características magnéticas, tipo ferritas espinélio, são uma proposta promissora, porque a separação magnética evita perda do material e aumenta o tempo de reuso <sup>(3)</sup>. Recentemente o grupo de pesquisa do laboratório de síntese de materiais cerâmicos (LabSMaC) tem relatado desempenhos favoráveis e promissores de nanoferritas obtidas via síntese por reação de combustão, com expressiva aplicação na preparação de biodiesel, pois além da fácil separação do meio reacional, as nanoferritas apresentam elevada área de contato, alta estabilidade térmica e boas propriedades químicas, convergindo assim para uma participação mais efetiva nas reações de transesterificação e esterificação para produção de biodiesel. Dentre as ferritas nanomagnéticas utilizadas como catalisadores sólidos, estão a (Ni-Cu-Zn) $Fe_2O_4$  <sup>(4,5)</sup>; (Ni-Zn) $Fe_2O_4$  <sup>(6)</sup>; (Cu-Zn) $Fe_2O_4$  <sup>(7)</sup>,  $MnFe_2O_4$ ,  $NiFe_2O_4$  e  $CoFe_2O_4$  <sup>(8,9)</sup>; (Mn-Zn) $Fe_2O_4$  <sup>(10)</sup>.

As reações químicas que envolvem a produção de biodiesel são controladas por diversas variáveis, tais como temperatura, razão óleo:álcool, tipo e quantidade de catalisador, tempo da reação e qualidade da matéria

prima. Essas variáveis influenciam a obtenção do produto final que é o biodiesel, de forma que, é de suma importância avaliar como tais variáveis influenciam as reações, uma vez que o custo final do biodiesel configura-se como uma das principais preocupações nas biorrefinarias.

A temperatura, razão molar e a quantidade de catalisador, geralmente, são as variáveis que mais influenciam nas reações. Entretanto, a presença de água, o tipo do álcool e a agitação também são fatores que influenciam os resultados finais destas reações.

Nessa abordagem, esse trabalho propôs avaliar o desempenho do catalisador nanomagnético  $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$  na reação de transesterificação do óleo de soja para produzir biodiesel, variando a temperatura, razão molar óleo:álcool e quantidade de catalisador no processamento da reação catalítica.

## EXPERIMENTAL

A síntese do catalisador nanomagnético  $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$  realizada por reação de combustão envolveu a mistura de sais de íons metálicos como reagentes oxidantes (nitratos de níquel e zinco hexahidratado, nitrato de ferro nonohidratado e nitrato de cobre II) e ureia como agente redutor, de modo a formar uma solução redox. Todos os reagentes com grau de pureza entre 98 e 99%. A composição inicial da solução foi calculada baseada na valência total dos reagentes oxidantes e redutores, utilizando conceitos da química dos propelentes e explosivos <sup>(11,12)</sup>. A reação foi realizada em um recipiente com capacidade de produção em bateladas de 10 g, e submetida ao aquecimento direto em base cerâmica com resistência espiral, até a ocorrência da auto-ignição e a consequente combustão.

As nanopartículas resultantes foram desaglomeradas em almofariz de ágata e, então peneiradas em malha 325 ABNT, as amostras foram encaminhadas para caracterizações.

A amostra foi caracterizada por difração de raios-X (DRX), num difratômetro de raios-X, da marca Shimadzu e modelo XRD 6000, com fonte de radiação  $CuK\alpha$ ,  $\lambda = 1,542 \text{ \AA}$ , numa tensão de 40 kV, corrente de 30 mA e varredura de 15 a 85°C, para determinação das fases formadas e tamanho de cristalito. O tamanho de cristalito foi calculado a partir do alargamento de raios-

X ( $d_{311}$ ), mediante a deconvolução da linha de difração secundária do cério policristalino (utilizado como padrão) utilizando-se a equação de Scherrer <sup>(13)</sup>.

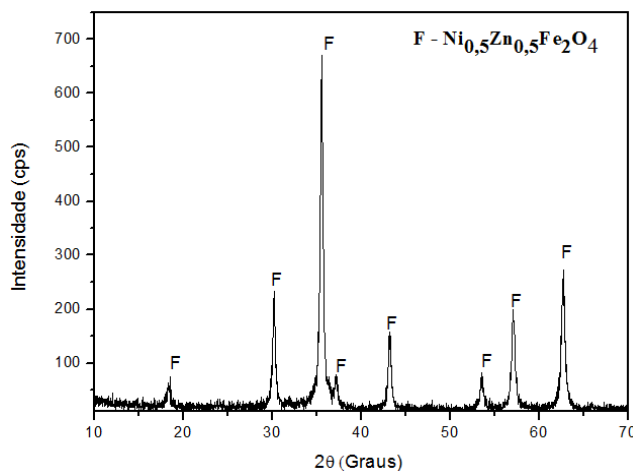
A medida de área superficial foi realizada pelo método de adsorção de nitrogênio/hélio desenvolvido por Brunauer, Emmett e Teller (BET) visando determinar a área superficial específica. Foi utilizado um equipamento modelo ASAP 2420, marca Micromeritics. Esta técnica também foi usada para determinar o tamanho médio de aglomerados de partículas (diâmetro esférico equivalente) por meio da equação de Reed <sup>(14)</sup>. A densidade teórica ( $\rho$ ) utilizada foi de 5,361 g/cm<sup>3</sup> para nanoferrita de Ni-Zn, obtida de acordo com a ficha cristalográfica JCPDF 08-0278 do pacote de dados do programa da Shimadzu. O volume de poro e o diâmetro de poro foram determinados pela teoria desenvolvida por Brunauer, Joyner e Halenda (BJH).

Os ciclos de histerese magnética (M x H) foram obtidos por um magnetômetro de gradiente alternado (AGM). Por meio das curvas M x H, foi possível determinar os valores de alguns parâmetros magnéticos, tais como: campo coercitivo ( $H_c$ ), magnetização remanescente ( $M_r$ ), magnetização de saturação ( $M_s$ ) e as perdas magnéticas estimadas a partir da medição da área ( $W_B$ ) da curva de histerese M x H. A magnetização de saturação foi determinada fazendo um fitting dos dados do campo aplicado para a função  $M = M_s (1 - \alpha/H)$ , onde M é a magnetização,  $M_s$  é a magnetização de saturação,  $\alpha$  é o parâmetro do fitting e H é o campo aplicado.

As reações químicas de transesterificação para produção do biodiesel foram conduzidas em um reator de aço inox, o qual encapsula um copo de borossilicato de volume útil de 80 mL, pressurizado. As razões molares de álcool metílico e ácido graxo utilizados foram de 12:1 e 20:1; e 2 e 4% em massa de catalisador em relação ao ácido graxo. Os testes reacionais foram efetuados a 180 e 160°C com tempo reacional de 1 e 2 horas, respectivamente. Os produtos obtidos na reação foram analisados em cromatógrafo a gás Varian 450c, com detector de ionização de chamas (FID), coluna capilar de fase estacionária Varian Select Biodiesel Glycerides + RG (Ultimetal) (15 m x 0,32 mm x 0,45  $\mu$ m). A temperatura inicial para a injeção foi de 100°C e a do forno foi de 180°C. O detector opera na temperatura de 380°C.

## RESULTADOS

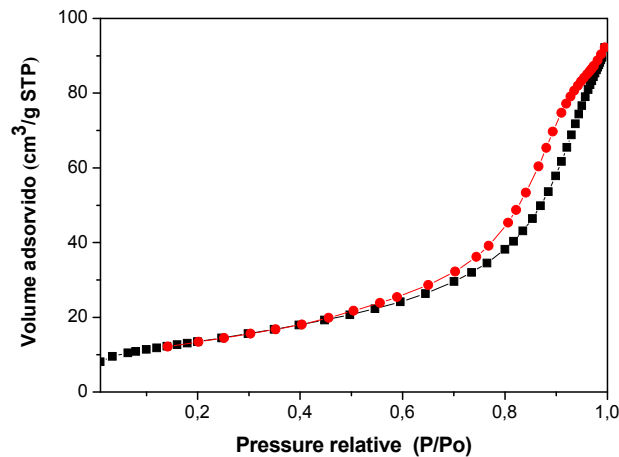
A Figura 1 ilustra as curvas de difração de raios X do catalisador nanomagnético  $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ . Observou-se apenas a presença dos picos principais característicos da estrutura do espinélio inverso, evidenciada pelo aparecimento do pico principal  $2\theta = 35,5^\circ$ , conforme ficha cristalográfica JCPDF 52-0278. Também, pode-se verificar picos com alta intensidade e elevada largura basal para todas as reflexões, revelando a cristalinidade da nanoferrita e sua característica nanoestrutural. O tamanho de cristalito foi da ordem de 26 nm, comprovando assim a eficiência do processo de reação de combustão para obtenção destes materiais. Estes resultados corroboram com os trabalhos reportados por Filho *et al.* <sup>(15)</sup>, quando estudaram a síntese, caracterização e propriedades magnéticas de ferritas de composição  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  com  $0,5 \leq x \leq 0,7$  pelo uso do método de combustão, e obtiveram fase única, e por Filho *et al.* <sup>(16)</sup>, quando estudaram o efeito da concentração de zinco nas características estruturais do sistema  $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$  obtido por reação de combustão, e obtiveram também fase única e com tamanho de cristalito variando de 10,13 à 46,62 nm.



**Figura 1** - Curva de difração de raios X para o catalisador nanomagnético  $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ .

A Figura 2 ilustra as isotermas de adsorção/dessorção de  $\text{N}_2$  como resultado da caracterização textural do catalisador nanomagnético  $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ . Observou-se que a nanoferrita apresentou estrutura de perfil da curva isoterma de adsorção, que de acordo com a classificação (IUPAC, 1976)

se enquadra no tipo V, sugerindo uma característica mesoporosa do material (poros com raios variando de 10 a 250 Å). Analisando também a forma de histerese que corresponde a diferentes geometrias de poros, foi possível observar que a amostra foi representada por *loop* de histerese tipo 3 (H3) que constitui a formação de poros com formato de cunha, cones ou placas paralelas.



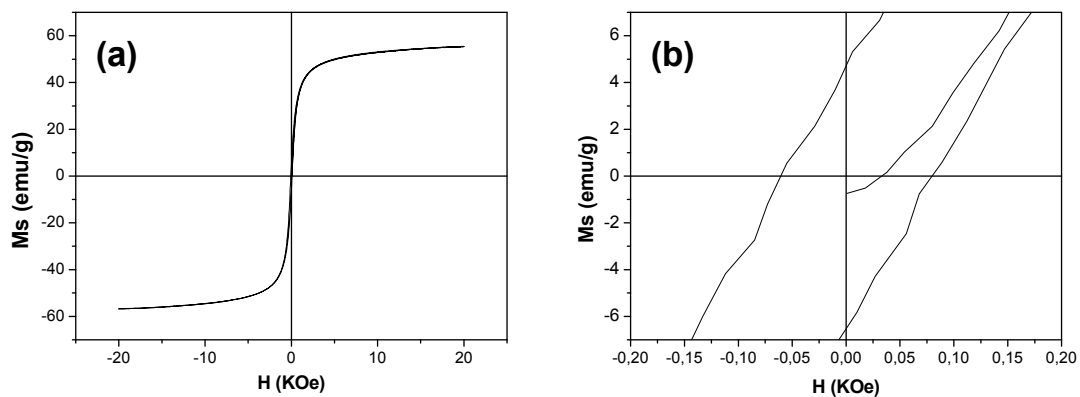
**Figura 2** - Isotermas de adsorção/dessorção de nitrogênio do catalisador nanomagnético  $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ .

O valor da área superficial específica foi de  $48,89 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$  e o valor do tamanho de partículas foi de 23,00 nm. Dantas *et al.* <sup>(17)</sup> avaliando o desempenho de novos catalisadores, obtidos via reação de combustão, como as nanoferritas  $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{Ni}_{0,4}\text{Cu}_{0,1}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  e  $\text{Ni}_{0,1}\text{Cu}_{0,4}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  na reação de transesterificação metanólica do óleo de soja, reportaram valor semelhante de área superficial para nanoferrita estudada nesse trabalho, e que o maior valor de área superficial foi obtido pela amostra dopada com 0,1 mol de  $\text{Cu}^{2+}$ , e o menor valor, para a maior dopagem de 0,4 mol de  $\text{Cu}^{2+}$ . Este resultado também corrobora com os valores de área superficial que foram obtidos por Portela *et al.* <sup>(18)</sup>, quando estudaram as características do pó de ferrita Ni-Zn dopada com Cu, obtidas por reação de combustão. Os autores verificaram valor de área superficial de  $17,49 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$  e  $44,33 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ , ou seja, valores próximos ao obtido nesse trabalho.

O volume do poro e o raio do poro foram de  $0,134 \text{ cm}^3/\text{g}$  e 109,85 Å, respectivamente. Ainda, observou-se por meio da relação tamanho de partícula/tamanho de cristalito ( $D_{\text{BET}}/t_c$ ), de valor 0,9, que a nanoferrita se

classificou como policristalina, ou seja, com a presença de mais cristais por partícula. No entanto, é conhecido que quanto mais próximo de 1 for essa relação, mais sugere que o tamanho de partícula é próximo do tamanho do cristal, indicando dessa maneira que a partícula tende a ser monocristalina. Resultados similares da relação ( $D_{BET}/t_c$ ) foram reportados por Costa *et al.* <sup>(19)</sup>, ao estudarem a síntese e a caracterização de ferritas Ni-Zn dopadas com cobre.

Na Figura 3 encontra-se a curva de histerese magnética para o catalisador  $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ , onde observa-se um comportamento característico de material magnético mole, ou seja, magnetos não permanentes, que se magnetizam e desmagnetizam com grande facilidade. Dentre os valores obtidos observou-se uma magnetização de saturação máxima de 55 emu/g, campo coercitivo ( $H_c$ ) de 0,06 KOe, magnetização remanescente ( $M_r$ ) de 4,8 emu/g e perdas magnéticas de 997,99 emu/g x KOe, estimadas a partir da medição da área ( $W_B$ ) da curva de histerese  $M \times H$ .

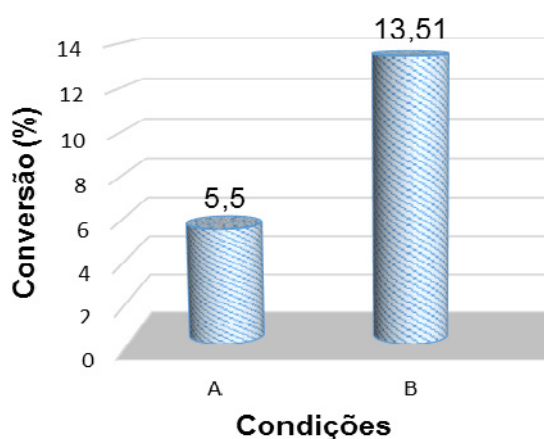


**Figura 3** - Curva de histerese magnética  $M \times H$  referente ao catalisador nanomagnético  $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ , onde (b) é uma ampliação da curva presente em (a).

O valor da magnetização de saturação máxima obtido para o catalisador  $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$  foi 51% superior ao relatado por Elsayed *et al.* <sup>(20)</sup>, cujo valor apresentado foi de 28,2 emu/g, ao sintetizar a ferrita  $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$  pelo método de electrodeposição.

A Figura 4 ilustra os resultados alcançados mediante a utilização da nanoferrita  $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$  como catalisador nas reações químicas de transesterificação metanólica do óleo de soja para obtenção de biodiesel. De forma geral, observou-se que a nanoferrita avaliada apresentou-se

cataliticamente ativa nas diferentes condições de processamento testadas e que a mudança das variáveis como temperatura e tempo, razão molar álcool:óleo e quantidade de catalisador, exerceu uma considerável influência nos resultados das conversões dos triacilglicerídeos em biodiesel. Os resultados revelaram que a nanoferrita foi 59,3% cataliticamente mais ativa na reação cujas variáveis de processamento utilizadas foram razão molar álcool:óleo 20:1, 4% em massa do catalisador, decorridos numa temperatura de 160°C por 2 horas. Portanto, os efeitos da temperatura, razão molar e catalisador sobre a conversão na reação de transesterificação serão estudados por meio da aplicação de planejamento experimental.



**Figura 4** - Conversão em ésteres metílicos do catalisador  $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$  nas seguintes condições: **(A)** Razão molar 12:1, catalisador 1%, temperatura 180°C e tempo 1h; e, **(B)** Razão molar 20:1, catalisador 4%, temperatura 160°C e tempo 2h.

Resultados semelhantemente satisfatórios e mais conclusivos com a aplicação de um planejamento estatístico mediante a modificação nas variáveis de processamento, foi reportado por Liu *et al.* <sup>(21)</sup>, quando avaliaram o efeito da temperatura (55 a 70°C), razão molar óleo:álcool (1:6 a 1:18) e o efeito do percentual de catalisador sobre a transesterificação do óleo de soja tendo o óxido de estrôncio como catalisador. Os autores observaram que a elevação da temperatura de 55 para 65°C resultou no aumento de 33 para 100% de conversão em ésteres metílicos, isso na presença de catalisador em 3%, razão molar óleo:álcool de 1:6 e tempo de reação de 30 minutos. Com relação a razão molar foi observado que ao se elevar este parâmetro de 1:6 para 1:18, conversões de 90% foram obtidas em 7,5 minutos, duas vezes mais rápido do que com razão molar de 1:6. Desta maneira, fica evidenciada a viabilidade da



aplicação de óxidos tipo nanoferritas de Ni-Zn como catalisadores para obtenção de ésteres metílicos.

## CONCLUSÕES

Com base nos resultados apresentados nesse trabalho, pode-se concluir que a síntese por reação de combustão empregada para a produção de catalisadores a base de nanoferrita  $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ , foi obtida com sucesso, produzindo nanopartículas cristalinas, homogêneas e monofásicas, com elevada área de superfície e com caráter de material magnético mole. A nanoferrita foi ativa para a reação química de transesterificação do óleo de soja, apresentando mudança na conversão, vinculada a mudança nas variáveis de processamento. Portanto, nanoferritas com estrutura tipo espinélio são materiais potencialmente promissores para catalisar as reações químicas para obtenção de biodiesel.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq, INAMI-CNPq e CAPES pelo suporte financeiro.

## REFERÊNCIAS

- (1) DANTAS, J.; SILVA, A.S.; SANTOS, P.T.A.; SANTOS, J.R.D.; BARBOSA, D.C.; MENEGHETTI, S.M.P.; COSTA, A.C.F.M. Evaluation of catalyst  $Ni_{0,4}Cu_{0,1}Zn_{0,5}Fe_2O_4$  on methyl esterification of free fatty acid present in cottonseed oil. Mater. Sci. Forum, v. 727-728, p. 1302-1307, 2012.
- (2) DANTAS, J.; SANTOS J.R.D.; SILVA, F.N.; SILVA, A.S.; COSTA, A.C. F. M. Study of nanoferrites  $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$  and  $Ni_{0,1}Cu_{0,4}Zn_{0,5}Fe_2O_4$  as catalysts in the methyl transesterification of soybean oil. Mater. Sci. Forum, v. 775-776 p. 705-711, 2014.
- (3) SHENGYANG, H.; YANPING, G.; YUN, W.; HEYOU, H. Nano-magnetic catalyst  $KF/CaO-Fe_3O_4$  for biodiesel production. Applied Energy, v.88 (8), p. 2685-2690, 2011.
- (4) DANTAS, J. Síntese e avaliação do desempenho de catalisadores a base de ferritas Ni-Zn dopada com cobre na reação de transesterificação de óleo vegetal em biodiesel. 2012, 127p. Dissertação de Mestrado. Pós Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais (UFCG).

(5) DANTAS, J.; SILVA, A.S.; SANTOS, P. T. A.; SANTOS, J. R. D.; BARBOSA, D. C.; MENEGHETTI, S. M. P.; COSTA, A. C. F. M. Evaluation of catalyst  $Ni_{0.4}Cu_{0.1}Zn_{0.5}Fe_2O_4$  on methyl esterification of free fatty acid present in cottonseed oil. Mater. Sci. Forum, v. 727-728, p. 1302-1307, 2012a.

(6) BARBOSA, D.C.; MENEGHETTI, S.M.P.; MENEGHETTI, M. R.; DANTAS, J.; CUNHA, R. B. L.; COSTA, A.C.F.M. Produção de biodiesel por esterificação metílica do ácido graxo de soja usando como catalisador a ferrita  $Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe_2O_4$ . In: 5º CONGRESSO DA REDE BRASILEIRA DE TECNOLOGIA DE BODIESEL; 8º CONGRESSO BRASILEIRO DE PLANTAS OLEAGINOSAS, ÓLEOS, GORDURAS E BODIESEL, Salvador, BA, 2012.

(7) DANTAS, J.; SANTOS, J.R.D.; CUNHA, R.B.L.; SILVA, A.S.; COSTA, A.C. F.M. Síntese das nanoferritas Cu-Zn e Ni-Zn e avaliação do desempenho como catalisador na esterificação metílica para produção de biodiesel. In: VII ENCONTRO TÉCNICO DE MATERIAIS E QUÍMICA, Rio de Janeiro, RJ, 2012b.

(8) DANTAS, J.; SILVA, A. S.; COSTA, A. C. F. M.; FREITAS, N. L. Síntese, caracterização dos espinélios  $NiFe_2O_4$  e  $CoFe_2O_4$  e avaliação do desempenho na transesterificação e esterificação do óleo de algodão. Rev. Eletrônica Mater. Processos, v.7.3, p. 174-179, 2012c. ISSN 1809-8797.

(9) SILVA, A. S.; DANTAS, J.; CUNHA, R. B. L.; COSTA, A. C. F. M. Síntese de nanoferritas destinadas a reação de esterificação. In: VII ENCONTRO TÉCNICO DE MATERIAIS E QUÍMICA, Rio de Janeiro, RJ, 2012a.

(10) SILVA, A. S.; DANTAS, J.; SANTOS, J. R. D.; CUNHA, R. B. L.; KIMINAMI, R. H. G. A.; COSTA, A. C. F. M. Synthesis, characterization and catalytic performance of nanoferrites in the esterification reaction. In: 20º CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS (CBECIMAT), Joinville, SC, 2012b.

(11) COSTA, A. C. F. M.; KIMINAMI, R. H. G. A.; MORELLI, M. R. Combustion synthesis processing of nanoceramics. In: Handbook of nanoceramics and their based nanodevices (Synthesis and Processing). Ed. American Scientific Publishers, v. 1, ch. 14, 2009, p. 375-392.

(12) JAIN, S.R.; ADIGA, K.C.; PAI VERNEKER, V.A. New approach to thermochemical calculations of condensed fuel – oxidier mixture. Combust. Flame, v. 40, p 71- 79, 1981.

(13) KLUNG, H.; ALEXANDER L. X-ray diffraction procedures. New York: Wiley, p. 495, 1962.

(14) REED, J. S. Principles of ceramics processing. New York: John Wiley & Sons, 1996.

(15) FILHO, A.C.G.; FONSECA, M.G.; COSTA, I.F.; OLIVEIRA, J.B.L. Síntese, caracterização e propriedades magnéticas de ferritas de níquel-zinco obtidas

por reação de combustão. In: 34ª REUNIÃO ANUAL DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE QUÍMICA, 2011.

(16) FILHO, A.C.G.; SIMÕES, A.N.; NEIVA, L.S.; GAMA, L.; OLIVEIRA, L.J.B.L. Efeito da concentração de zinco nas características estruturais do sistema  $Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$  obtido por reação de combustão. Rev. Eletrônica Mater. Processos, v. 7.1, p. 39-42, 2012. ISSN 1809-8797.

(17) DANTAS, J.; SANTOS, J.R.D.; SILVA, F.N.; SILVA, A.S.; COSTA, A.C.F.M. Study of nanoferrites  $Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe_2O_4$  and  $Ni_{0.1}Cu_{0.4}Zn_{0.5}Fe_2O_4$  as catalysts in the methyl transesterification of soybean oil. Mater. Sci. Forum, Ref: 115-109, 2013.

(18) PORTELA, F.C.; OLIVEIRA, J.B.L.; RODRIGUES, R.F.; ARAÚJO, A.C.G.; GAMA L. Síntese e caracterização de ferritas Ni-Cu-Zn preparadas por reação de combustão. Periódico Tchê Química. v. 5, n. 10 – Ago/2008. Porto Alegre – RS. Brasil.

(19) COSTA, A.C.F.M.; GAMA, L.; PORTELA, F.A.; SILVA, V.J.; TORQUARTO, R.A.; KIMINAME, R.H.G.A.; PAIVA-SANTOS, C.O.; OLIVEIRA, J.B.L. Ferritas Ni-Cu-Zn preparadas por Reação de Combustão: Síntese e Caracterização. Rev. Eletrônica Mater. Processos, v. 2, p. 10-17, 2007. ISSN 1809-8797.

(20) EL-SAYED, A.M. Influence of zinc content on some properties of Ni-Zn ferrites. Ceram. Int., v. 28, p. 363-367, 2012.

(21) LIU, X.; HE, H.; WANG, Y.; ZHU, S. Transesterification of soybean oil to biodiesel using SrO as a solid base catalyst. Catalysis Communications, v. 8, p. 1007-1111, 2007.

## EVALUATION OF PROCESSING CONDITIONS IN THE TRANSESTERIFICATION FOR BIODIESEL USING THE $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ NANOMAGNETIC CATALYST

### ABSTRACT

*Magnetic catalysts are easily removed from the reaction process, thereby reducing the effluent generation. Therefore, this work proposes to evaluate the performance of the  $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$  nanomagnetic catalyst in the soybean oil transesterification to produce biodiesel, varying the processing conditions (temperature, molar ratio of oil to alcohol, and the catalyst amount) on the catalytic reaction. The catalyst was synthesized by combustion reaction and characterized by XRD, BET, magnetic measurements and gas chromatography (GC). The results revealed the phase formation  $B(AB)_2O_4$  of the inverse spinel, showing an isotherm profile classified as type V, with hysteresis loop of type 3*

*(H3), and surface area of 48.39 m<sup>2</sup>g<sup>-1</sup>. The magnetic hysteresis curve showed a characteristic behavior of soft magnetic material, with a value of saturation magnetization of 55 emu/g. GC analysis confirmed that the magnetic nanoparticles are catalytically active and that processing conditions directly influence in the biodiesel conversion.*

**Key-words:** *Ni<sub>0,5</sub>Zn<sub>0,5</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> catalyst, transesterification, processing, biodiesel.*