MODIFICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA FIBRA DE CARBONO RESIDUAL AEROESPACIAL COMO CATALISADOR PARA PRODUÇÃO DE BIODIESEL

Cassiano Zeferino Maia Siqueira de Paiva[1], Thyago Santos Braga[2], Luciana De Simone Cividanes[1].

[1]Instituto Tecnológico de Aeronáutica/Departamento de Química, Praça Marechal Eduardo Gomes, 50, Vila das Acácias - 12228-900 - São José dos Campos-SP, Brasil, cassianoczmsp@ita.br, lucianac@ita.br.
[2]Universidade Santo Amaro, Rua Isabel Schmidt, 349, Santo Amaro - 04743-030 - São Paulo-SP, Brasil, thbraga@prof.unisa.br.

Resumo
Este trabalho avaliou a viabilidade do reaproveitamento da fibra de carbono residual aeronáutico como suporte para catalisadores heterogêneos para a produção de biodiesel de óleo de soja. A fibra foi macerada e submetida a diferentes processos de ativação por impregnação úmida: 1 – pela impregnação de CaO; 2 - pela funcionalização química com H_2SO_4 e KOH; 3 – pela funcionalização com KOH e H_2SO_4. As amostras foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura (SEM), espectroscopia de dispersão de raios-x (EDS) e espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR). A conversão reacional foi monitorada por cromatografia em camada delgada (TLC). Os ensaios demonstraram que a funcionalização utilizando H_2SO_4 e KOH (rota 2) apresentou maior eficiência catalítica, obtendo-se conversão completa do óleo de soja em biodiesel. Utilizando etanol como reagente, as condições ideais identificadas por TLC foram de 5% de catalisador e razão molar etanol:óleo de 24:1. O catalisador sintetizado apresentou-se como uma alternativa sustentável e eficiente para a destinação de resíduos aeroespaciais na síntese de biocombustíveis.
Palavras-chave: Biodiesel. Catálise heterogênea. Funcionalização. Fibra de carbono.

Área do Conhecimento: Ciências Exatas e da Terra / Química.

Introdução

Os biocombustíveis representam uma das formas mais antigas e importantes de aproveitamento energético da biomassa, sendo utilizados pela humanidade há mais de 1,5 milhão de anos desde o domínio inicial do fogo (Suppes; Storvick, 2007). No cenário contemporâneo, a transição para fontes renováveis tornou-se uma urgência global, uma vez que os combustíveis fósseis estão associados a reservas limitadas, instabilidades geopolíticas e elevadas emissões de gases de efeito estufa, que aceleram as mudanças climáticas globais (Mulyatun *et al*., 2022). O biodiesel destaca-se como o segundo biocombustível mais produzido em escala mundial, sendo o Brasil um dos líderes deste mercado, responsável por aproximadamente 11,6% de toda a produção global (IEA, 2024).

A rota convencional para a síntese de biodiesel ocorre por meio da reação de transesterificação, na qual triacilgliceróis presentes em matéria-prima lipídicas, como óleos vegetais ou algais e gorduras animais, reagem com um álcool de cadeia curta (comumente metanol ou etanol) na presença de um catalisador, gerando ésteres monoalquílicos de ácidos graxos (biodiesel) e glicerol como coproduto. Na indústria, são utilizados catalisadores homogêneos básicos ou ácidos, tais como o KOH e o H_2SO_4, devido a sua elevada reatividade e altas taxas de conversão. No entanto, se dissolvem completamente no meio reacional, impedindo sua recuperação e exigindo etapas adicionais de neutralização, lavagem e purificação, o que eleva os custos do produto e gera grandes volumes de efluentes (Kirubakaran; Selvan, 2021).

Os catalisadores heterogêneos sólidos apresentam-se como alternativas promissoras, pois podem ser separados do meio reacional por processos físicos simples, como decantação, centrifugação ou filtração, reduzindo a geração de resíduos e permitindo sua reutilização em múltiplos ciclos (Soodesh *et al*., 2024). Dessa forma, os feltros e tecidos de fibra de carbono apresentam potencial para atuar como suportes catalíticos sólidos devido às suas propriedades físicas e químicas, que incluem extensa área superficial, elevadas resistências térmica e mecânica, além de baixíssima reatividade química intrínseca. Esta estabilidade garante a manutenção da integridade do suporte mesmo sob condições

severas, embora sua superfície inerte imponha desafios para a ancoragem efetiva de sítios catalíticos ativos.

Paralelamente, a indústria aeroespacial gera toneladas de resíduos de compósitos de fibra de carbono na forma de retalhos de feltro, cujo descarte em aterros ou incineração acarreta severos impactos ambientais e financeiros. A reinserção desses materiais na própria cadeia de produção aeronáutica é limitada por rígidos entraves regulatórios e de segurança, que exigem a comprovação do desempenho estrutural sem elevar os custos (Bouman *et al*., 2025; Habib *et al*., 2025; Ballout *et al*., 2022; Irisawa *et al*., 2021). Portanto, o emprego dessas fibras em aplicações de menor complexidade estrutural, como na eletrocatálise, sensores e adsorventes (Savignac *et al*., 2021; Tao *et al*., 2025; Taylor *et al*., 2024), desponta como uma rota de valorização ecológica viável. Este projeto propõe uma abordagem inédita ao investigar o reaproveitamento da fibra de carbono residual como suporte para catalisadores na produção de biodiesel, visando estudar sua produção, caracterização e atividade catalítica.

Metodologia

Impregnações

Para a impregnação pela primeira rota (rota 1) utilizou-se o óxido de cálcio (CaO) comercial. O pó de fibra de carbono e o CaO foram pesados na proporção mássica de 4:6. O CaO inicialmente foi disperso em 150 mL de água destilada sob agitação magnética por 30 minutos para homogeneização. Em seguida, o pó de fibra de carbono foi incorporado ao sistema, sendo mantido sob aquecimento a 90 °C e agitação constante até a evaporação completa da água. O material sólido obtido foi seco em estufa a 120 °C por 12 horas, transferido para um cadinho e pirolisado sob fluxo contínuo de N_2 a 800 °C por 2 horas, com rampa de aquecimento de 10 °C/min.

Para a “rota 2”, o pó da fibra de carbono foi funcionalizado com ácido sulfúrico (H_2SO_4) e hidróxido de potássio (KOH). O pó de fibra de carbono foi misturado com uma solução de H_2SO_4 50% v/v na proporção de 5 mL de ácido por grama de fibra, mantendo-se sob agitação por 24 horas. Posteriormente, o ácido livre foi neutralizado por com uma solução saturada de KOH. O precipitado foi lavado com água destilada, filtrado a vácuo, seco a 120 °C por 12 horas e pirolisado sob atmosfera inerte a 800 °C por 2 horas (rampa de 10 °C/min). Na sequência, o material pirolisado foi submetido a um tratamento básico por meio de agitação em solução saturada de KOH por 24 horas, seguido de filtração a vácuo, lavagem, secagem a 120 °C por 12 horas e uma segunda pirólise a 450 °C por 2 horas sob atmosfera de nitrogênio.

A terceira rota (rota 3) seguiu um procedimento inverso à rota 2. Inicialmente, o pó de fibra de carbono foi agitado em solução saturada de KOH por 24 horas, neutralizado com H_2SO_4, lavado, filtrado, seco e pirolisado a 450 °C. O material resultante foi então impregnado com solução de H_2SO_4 (50% v/v) por 24 horas, neutralizado com solução saturada de KOH, lavado e finalmente seco a 120 °C por 12 horas.

Viabilidade catalítica

Para o teste de viabilidade catalítica dos materiais produzidos pelas rotas 1, 2 e 3, foi testada a síntese de biodiesel. Para o catalisador da rota 1 (R1), a reação ocorreu com 5% de catalisador (m/m em relação ao óleo), razão molar metanol:óleo de 12:1, temperatura de 90 °C por 5 horas. Para os catalisadores funcionalizados pelas rotas 2 e 3 (R2 e R3), a reação foi realizada a 65 °C por 5 horas, utilizando metanol em razão molar 18:1 e 3% de catalisador. Para a rota 2, variou-se o tipo de álcool (metanol e etanol anidro), a carga de catalisador (1% e 5%) e a razão molar álcool:óleo (12:1 e 24:1).

Análises e caracterizações

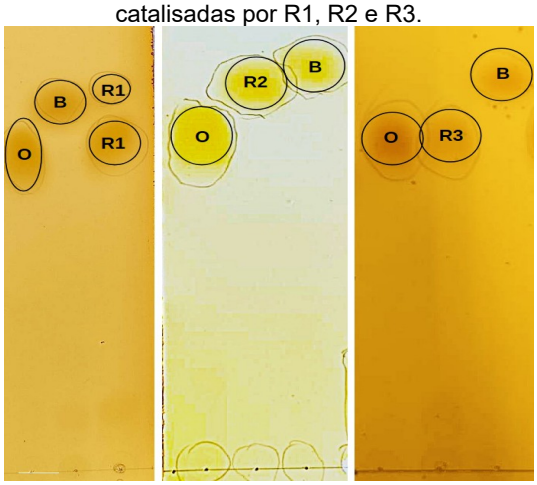
Para atestar a produção de biodiesel, foi realizada cromatografia em camada delgada (TLC) em placas de sílica gel 60 F_{254} suportada em alumínio. Amostras do meio reacional foram diluídas em acetato de etila, aplicadas nas placas e desenvolvidas com eluente hexano:acetato de etila (9:1 v/v), utilizando iodo como revelador. Os catalisadores foram caracterizados por microscopia eletrônica de varredura (SEM, Vega3 Tescan, 10 kV), para análise da morfologia, e espectroscopia de dispersão de raios-x (EDS, Oxford Tru-Q), para mapeamento elementar. Foi empregada, ainda, a espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR) na região do infravermelho médio (MIR) para

análise dos catalisadores produzidos, por meio de transmissão em pastilha de KBr (proporção mássica 1:60 mg).

Resultados

A figura 1 exibe as placas de TLC com os produtos das reações catalisadas pelos catalisadores impregnados com CaO (R1), H_2SO_4/KOH (R2) e KOH/H_2SO_4 (R3). A análise demonstrou que os catalisadores obtidos a partir da impregnação com CaO e funcionalização com H_2SO_4/KOH foram eficientes na conversão de óleo em biodiesel, enquanto o catalisador funcionalizado com KOH/H_2SO_4 não apresentou atividade catalítica. Analisando a eluição da amostra R2, notou-se que o catalisador funcionalizado com H_2SO_4/KOH apresentou a maior eficiência, dada a aparição de somente uma zona cromatográfica, na altura do biodiesel de referência.

Figura 1 - Placas de TLC com as amostras de óleo (O), biodiesel de referência (B) e os produtos das reações catalisadas por R1, R2 e R3.



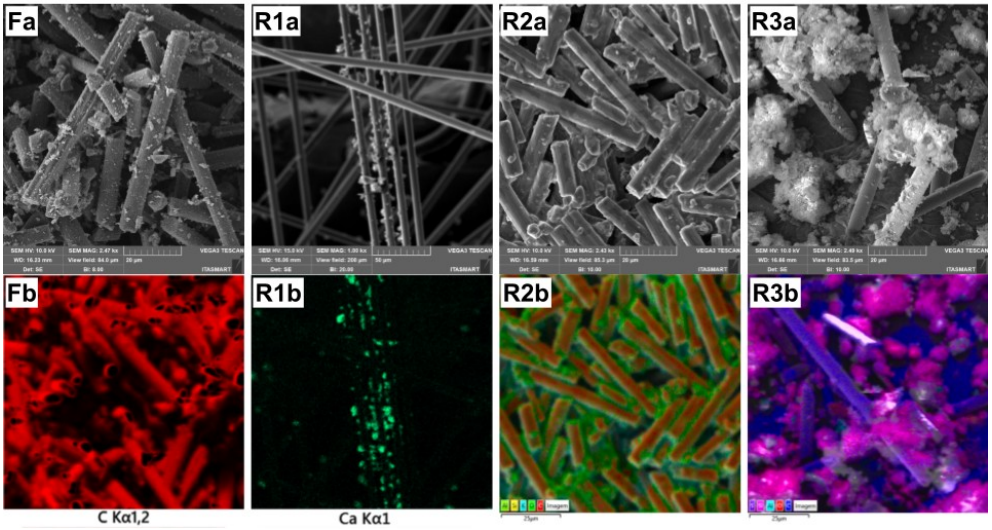
Fonte: Os autores (2026).

Dessa forma, o catalisador R2 foi também testado na síntese de biodiesel utilizando etanol como reagente, uma alternativa ao metanol menos tóxica e mais sustentável, e foram variados independentemente dois parâmetros da reação, razão molar etanol:óleo (12, 18 e 24:1) e carga de catalisador (1, 3 e 5%), a fim de aumentar a conversão do óleo em biodiesel. Pela análise por TLC dos produtos das reações, foi observada a produção de biodiesel a partir de todas os parâmetros testados; entretanto, a amostra de biodiesel produzida com razão molar 24:1 de etanol:óleo e a amostra produzida com 5% de catalisador apresentou somente uma zona cromatográfica, relativa ao biodiesel, enquanto as outras amostras (12 e 18:1, 1 e 3%) apresentaram duas zonas cromatográficas, que indica a conversão incompleta do óleo.

Foram analisadas a morfologia e os elementos presentes na superfície dos catalisadores produzidos, por SEM e EDS, a fim de identificar sua estrutura e sua composição química elementar. O resultado de ambas as análises está apresentado na figura 2. Nas imagens foi possível observar que, com a impregnação de CaO na fibra (rota 1), foram formados cristais que ficaram fracamente sustentados na estrutura carbônica; enquanto, com a funcionalização do material com H_2SO_4 seguido de KOH (rota 2), a superfície do material foi morfológica e quimicamente modificada, sendo observada mudança na textura do material e confirmada a presença de K e O. Já nas amostras do catalisador obtido pela rota 3 (funcionalização com KOH seguido de H_2SO_4), foi verificada a formação de estruturas cristalinas ao redor das fibras, possivelmente compostas por K_2SO_4.

A fim de confirmar a modificação química da superfície, foram obtidos espectros de FT-IR dos catalisadores funcionalizados pelas rotas 2 e 3. A amostra impregnada com CaO (rota 1) não foi submetida a esta análise, visto que as vibrações da ligação entre o óxido e o metal não são adequadamente detectadas na região do infravermelho médio (MIR). O espectro combinado está apresentado na figura 3.

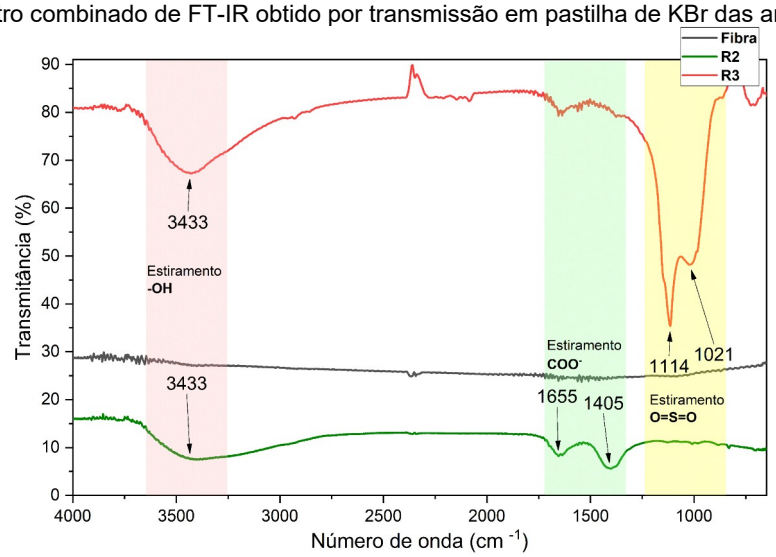
Figura 2 - Imagens de SEM (a) e EDS (b) das amostras de fibra de carbono (F) e da fibra tratadas pelas rotas 1, 2 e 3 (R1, R2 e R3).



Fonte: Os autores (2026).

Pelos espectros obtidos, foram consideradas significativas as seguintes regiões: em 3433 cm^{-1}, relativa ao estiramento da ligação OH, presente nas amostras R2 e R3, mas não na da fibra de carbono, indicando inserção de hidroxilas na estrutura ou o aumento da hidrofilicidade, devido à funcionalização do material; em 1655 e 1405 cm^{-1}, presentes na amostra R2, relativas ao estiramento das ligações do grupo COO^-; e em 1114 e 1021 cm^{-1}, presentes na amostra R3, relativas ao estiramento do grupo -SO_2 (Bullo *et al.*, 2022; Tran *et al.*, 2017).

Figura 3 - Espectro combinado de FT-IR obtido por transmissão em pastilha de KBr das amostras R2 e R3.



Fonte: Os autores (2026).

Discussão

A análise dos resultados indicou que a utilização da fibra de carbono residual como suporte catalítico demandou modificações químicas (funcionalização da superfície e não uma simples impregnação) para aumentar sua eficiência, o que foi verificado pela presença de óleo não reagido quando utilizado o catalisador impregnado com CaO (rota 1), mas não quando utilizado o catalisador funcionalizado (rota 2). Possivelmente devido às características físicas da superfície do material, como a baixa rugosidade na fibra bruta observada na microscopia da figura 2, o método de impregnação úmida resultou em uma deposição ineficiente e na baixa aderência da fase ativa (Valero-Romero *et al.*, 2021).

Por outro lado, com a funcionalização química direta da fibra com H_2SO_4 seguida de KOH (rota 2), foi demonstrada maior viabilidade técnica. É descrito que o tratamento com ácido sulfúrico concentrado pode atuar de duas formas: como agente sulfonante, ancorando sítios ácidos de Brønsted superficiais, e como agente oxidante severo. Esta oxidação promove a corrosão parcial da fibra, gerando defeitos estruturais e criando modificações texturais que servem de ancoragem para a retenção de espécies ativas (Koskin *et al*., 2020). Já a etapa de tratamento com solução concentrada de KOH atuou neutralizando os grupos sulfônicos e induzindo a formação de sítios básicos fortes, como o COO^- (figura 3) observado no espectro FT-IR (Chen *et al*., 2020). Estes sítios demonstraram alta eficiência na conversão dos triacilglicerídeos.

A ausência de atividade catalítica observada para o material preparado via rota 3 (KOH seguido de H_2SO_4) evidenciou o impacto da sequência das etapas de funcionalização no design do catalisador. Embora o tratamento alcalino e a pirólise possam ter promovido a geração de sítios básicos, a etapa de sulfonação subsequente em meio fortemente ácido pode ter resultado na neutralização dessas espécies e inativado os sítios catalíticos.

Na otimização dos parâmetros reacionais, verificou-se que a via etílica exigiu condições diferentes em comparação à rota metílica convencional, o que é amplamente atribuído ao maior impedimento estérico e à menor nucleofilicidade do metanol com relação ao etanol (Verma; Sharma; Dwivedi, 2016). Tais fatores explicam a presença de óleo não reagido quando empregadas condições brandas (razão molar álcool:óleo de 12 e 18:1 e 1 e 3% de carga de catalisador). A conversão satisfatória na transesterificação etílica apenas foi atingida mediante o deslocamento do equilíbrio químico, promovido pelo excesso de reagente (razão molar etanol:óleo 24:1) e um incremento na carga catalítica para 5%.

Conclusão

O presente trabalho demonstrou a viabilidade do reaproveitamento da fibra de carbono residual da indústria aeroespacial como suporte para a obtenção de catalisadores heterogêneos aplicados na produção de biodiesel. A rota de funcionalização sequencial ácida/básica (rota 2 - H_2SO_4/KOH) mostrou-se promissora, uma vez que promoveu modificações morfológicas e químicas que ancoraram sítios ativos eficientes para a transesterificação do óleo. A otimização dos parâmetros reacionais para a rota etanólica indicou que o emprego de 5% de catalisador e a razão molar etanol:óleo de 24:1 garantiram a conversão completa em biodiesel, sem resíduos de óleo não convertido. Dessa forma, esta pesquisa comprovou a eficiência em converter um resíduo industrial complexo da área aeroespacial em um catalisador funcional, aliando sustentabilidade, redução de efluentes catalíticos e fomento à transição energética através de biocombustíveis renováveis.

Referências

BALLOUT, W. *et al*. High performance recycled CFRP composites based on reused carbon fabrics through sustainable mild solvolysis route. **Sci. Rep.**, v. 12, 2022. DOI: 10.1038/s41598-022-09932-0.

BOUMAN, N. *et al*. Advancing sustainability in aerospace: evaluating the performance of recycled carbon fibre composites in aircraft wing spar design. **J. Compos. Sci.**, v. 9, n. 384. 2025. DOI: 10.3390/jcs9080384.

BULLO, T. A.; BAYISA, Y. M.; BULTUM, M. S. Biosynthesis of sulfonated carbon catalyst from carbohydrate polymer derivatives for epoxidation of *Croton macrostachyus* seed oil. **Carbohydr. Polym. Technol. Appl.**, v. 3, 2022. DOI: 10.1016/j.carpta.2022.100221.

CHEN, W. *et al*. Insight into KOH activation mechanism during biomass pyrolysis: chemical reactions between O-containing groups and KOH. **Appl. Energy**, v. 278, 2020. DOI: 10.1016/j.apenergy.2020.115730.

HABIB, M. A. *et al*. Current practices in recycling and reusing of aircraft materials and equipment. **Mater. Circ. Econ.**, v. 7, n. 12, 2025. DOI: 10.1007/s42824-025-00165-w.

IEA - INTERNATIONAL ENERGY AGENCY. **Oil 2024**: Analysis and forecast to 2030. Paris: IEA, 2024. Disponível em: https://www.iea.org/reports/oil-2024. Acesso em: 20 ago. 2026.

IRISAWA, T. *et al*. Elucidation of damage factors to recycled carbon fibers recovered from CFRPs by pyrolysis for finding optimal recovery conditions. **Compos. B: Eng.**, v. 218, 2021. DOI: 10.1016/j.compositesb.2021.108939.

KIRUBAKARAN, M.; SELVAN, V. A. M. Experimental investigation on the effects of micro eggshell and nano-eggshell catalysts on biodiesel optimization from waste chicken fat. **Bioresour. Technol. Rep.**, v. 14, 2021. DOI: 10.1016/j.biteb.2021.100658.

MULYATUN, M. *et al*. Production of non-food feedstock based biodiesel using acid-base bifunctional heterogeneous catalysts: a review. **Fuel**, v. 314, 2022. DOI: 10.1016/j.fuel.2021.122749.

SAVIGNAC, L.222 *et al*. Valorization of carbon fiber waste from the aeronautics sector: an application in Li-ion batteries. **Green Chem.**, v. 23, n. 6, 2021. DOI: 10.1039/d0gc03954c.

SOODESH, C. Y. *et al*. Carbonaceous catalysts (biochar and activated carbon) from agricultural residues and their application in production of biodiesel: a review. **Chem. Eng. Res. Des.**, v. 203, 2024. DOI: 10.1016/j.cherd.2024.02.002.

SUPPES, G. J.; STORVICK, T. S. The history of energy. *In*: SUPPES, G. J; STORVICK, T. S. **Sustainable nuclear power**, p. 9-32. DOI: 10.1016/B978-012370602-7/50019-3.

TAO, Y. *et al*. Pulverised CFRP waste and reclaimed carbon fibre for cement-based sensors: Investigating electrical resistivity and piezoresistivity under varying environmental conditions. **Constr. Build. Mater.**, v. 470, 2025. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2025.140516.

TAYLOR, J. H.; TROISI, G.; SOLTANI, S. M. Application of chemically-activated recycled carbon fibres for aqueous-phase adsorptions - part I: Optimisation of activation process. **Chem. Eng. J. Adv.**, v. 18, 2024. DOI: 10.1016/j.ceja.2024.100591.

TRAN, T. T. V. *et al*. Production of furan based biofuel with an environmental benign carbon catalyst. **Environ. Prog. Sustain. Energy.**, v. 37, n. 4. DOI: doi.org/10.1002/ep.12796.

VALERO-ROMERO, M. J. *et al*. Carbon-based materials as catalyst supports for Fischer–Tropsch synthesis: a review. **Front. Mater.**, v. 7, 2021. DOI: 10.3389/fmats.2020.617432.

VERMA, P.; SHARMA, M. P.; DWIVEDI, G. Impact of alcohol on biodiesel production and properties. **Renew. Sustain. Energy Rev.**, v. 56. DOI: 10.1016/j.rser.2015.11.048.

Agradecimentos

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.