



**MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAPÁ
PRÓ-REITORIA DE ENSINO E GRADUAÇÃO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLÓGICAS
COORDENAÇÃO DO CURSO DE LICENCIATURA EM QUÍMICA**

SAMUEL QUEIROZ LOPES

**PRODUÇÃO DE BIODIESEL A PARTIR DA DESODORIZAÇÃO DO
ÓLEO DE PALMA CATALISADA POR OXONE®**

**MACAPÁ-AP
2023**

SAMUEL QUEIROZ LOPES

**PRODUÇÃO DE BIODIESEL A PARTIR DA DESODORIZAÇÃO DO
ÓLEO DE PALMA CATALISADA POR OXONE®**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Licenciatura em Química da Universidade Federal do Amapá (UNIFAP), como requisito final para obtenção do Título de Licenciatura em Química.

Orientador: Prof. Dr. Irlon Maciel Ferreira
Coorientador: Prof. Dr. Alex de Nazaré de Oliveira.

**MACAPÁ-AP
2023**

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Biblioteca Central/UNIFAP-Macapá-AP
Elaborado por Mário das Graças Carvalho Lima Júnior – CRB-2 / 1451

L864 Lopes, Samuel Queiroz.

Produção de Biodiesel a partir da Desodorização do Óleo de Palma / Samuel Queiroz
Lopes. - Macapá, 2023.

1 recurso eletrônico. 46 folhas.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Federal do Amapá,
Coordenação do Curso de Química, Macapá, 2023.

Orientador: Irlon Maciel Ferreira.

Coorientador: Alex de Nazaré de Oliveira.

Modo de acesso: World Wide Web.

Formato de arquivo: Portable Document Format (PDF).

1. Biomassa renovável. 2. Produção de Biodiesel. 3. Biocombustível. I. Ferreira, Irlon
Maciel, orientador. II. Oliveira, Alex de Nazaré de, coorientador. III. Universidade Federal do
Amapá. IV. Título.

CDD 23. ed. – 662.8

LOPES, Samuel Queiroz. **Produção de Biodiesel a partir da Desodorização do Óleo de Palma.**
Orientador: Irlon Maciel Ferreira. Coorientador: Alex de Nazaré de Oliveira. 2023. 46 f. Trabalho de
Conclusão de Curso (Graduação) - Coordenação do Curso de Química. Universidade Federal do
Amapá, Macapá, 2023.

SAMUEL QUEIROZ LOPES

**USO DE OXONE® COMO POTENCIAL CATALISADOR NA PRODUÇÃO DE
BIODIESEL A PARTIR DA DESODORIZAÇÃO DO ÓLEO DE PALMA**

DATA DE APROVAÇÃO: 06/ 05/ 2023.

Documento assinado digitalmente

gov.br

EUCLESIO SIMIONATTO

Data: 08/08/2024 18:16:0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Examinador: Prof^o Dr. Euclésio Simionatto
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MATO GROSSO DO SUL-UEMS



Examinador: Prof^o Dr. Pedro Henrique Fauro de Araújo
SENAI-AP

Documento assinado digitalmente

gov.br

IRLON MACIEL FERREIRA

Data: 08/08/2024 15:00:58-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Orientador: Prof^o Dr. Irlon Maciel Ferreira
UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAPÁ – UNIFAP

Coorientador: Prof^o Dr. Alex de Nazaré de Oliveira
UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAPÁ – UNIFAP

CONCEITO FINAL: 9,5.

**MACAPÁ-AP
2023**



UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAPÁ
PRÓ-REITORIA DE ENSINO DE GRADUAÇÃO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLÓGICAS
COLEGIADO DO CURSO DE LICENCIATURA EM QUÍMICA

ATA DE DEFESA DO TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

Às 10HORAS DO DIA SEIS DE MAIO DE DOIS MIL E VINTE E TRÊS realizou-se a sessão pública de defesa do Trabalho de Conclusão de Curso – TCC intitulado PRODUÇÃO DE BIODIESEL A PARTIR DA DESODORIZAÇÃO DO ÓLEO DE PALMA CATALISADA POR OXONE® apresentado pelo (a) acadêmico (a): SAMUEL QUEIROZ LOPES.

A Banca Examinadora estava constituída pelos seguintes Membros
PROF. DR. VICTOR HUGO MARINHO (CO-ORIENTADOR)
PROF. DR. PEDRO HENRIQUE FAURO DE ARAUJO (Membro)
PROF. DR. EUCLÉSIO SIMIONATTO (Membro)

Terminada a apresentação do conteúdo do TCC, a Banca Examinadora passou à arguição do (a) acadêmico (a). Encerrados os trabalhos de arguição às 11h20min horas, os Membros da Banca Examinadora reuniram-se para avaliação e deram o parecer final sobre a apresentação e defesa oral, tendo sido atribuídas às seguintes notas:

Membro PEDRO HENRIQUE FAURO DE ARAUJO Nota: 9,5

Membro EUCLÉSIO SIMIONATTO Nota: 9,5

Orientador (se necessário)¹ _____ Nota: _____

E, obtendo como média de apresentação e defesa a Nota Final 9,5.

Proclamados os resultados pelo presidente da banca examinadora, foram encerrados os trabalhos e, para constar, eu IRLON MACIEL FERREIRA, lavrei a presente ATA que assino juntamente com os demais membros da Banca examinadora e o (a) acadêmico (a) que defendeu o Trabalho de Conclusão de Curso.

Macapá, 06 / 05 / 2023.

Presidente da Banca

Membro

Membro

Acadêmico

¹ Em caso de discrepância (diferença igual ou maior que três pontos) de notas dos avaliadores, caberá uma terceira nota do orientador para composição da média final do trabalho.

AGRADECIMENTOS

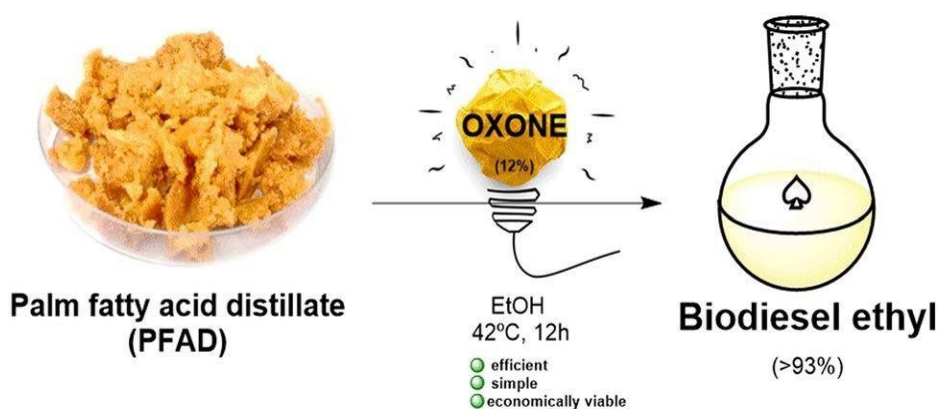
A todos os professores do Curso de licenciatura em química que me muito me ensinaram e incentivaram ao longo de toda graduação. E em especial ao meu orientador, prof. Dr. Irlon Maciel Ferreira, meu pai da Ciência que abriu muitas portas. Também sou grato a todos do BIORG e aqueles que me ajudaram na escrita desse trabalho prof. Me. Fabricio Holanda, prof. Dr. Alex de Nazaré de Oliveira e prof. Dr. David Esteban Quintero Jimenez.

RESUMO

O destilado de ácido graxo de palma (DDOP) é um exemplo de matéria-prima de baixo custo com potencial para geração de biocombustível, embora seja mais usado como fonte de ácidos graxos (85% em peso) para aplicações não alimentícias na indústria. Neste trabalho a aplicação catalítica do sal Oxone® foi utilizada no presente estudo para a reação de esterificação do DDOP para produção de biodiesel. O catalisador empregado é um agente oxidante eficaz, barato, não tóxico e hidrossolúvel. Por meio de um planejamento experimental fatorial Box-Behnken de três níveis e três variáveis foi otimizada a taxa de conversão dos ácidos graxos em ésteres, foi possível observar que, dentre as variáveis de processo estudadas [concentração de Oxone® (%), temperatura (°C) e tempo de reação (h)], a concentração de Oxone® foi o único fator significativo para a variável de resposta de geração de ésteres etílicos. Uma taxa de conversão > 90% foi alcançada com 15% Oxone® a 42 °C, usando uma razão molar DDOP:Etanol de 1:5 em 12 h de tempo de reação. O sistema de reação apresentou algumas vantagens, como condições amenas, operação simples, natureza verde e alta conversão, quando comparado a catalisadores ácidos ou bases tradicionais Sendo uma alternativa promissora na matriz da produção de biodiesel, de forma mais sustentável possível.

Palavras-Chave: Biomassa renovável, Produção de biodiesel, Biocombustível, Valorização de resíduos, Combustível sustentável.

Resumo gráfico



ABSTRACT

Palm fatty acid distillate (PFAD) is an example of a low-cost feedstock with potential for generating palm biofuel, although it is mostly used as a source of fatty acids (85% by weight) for non-food applications in industry. The catalytic application of Oxone® salt was used in the present study for the esterification reaction of PFAD for biodiesel production for the first time. The catalyst employed is an effective, inexpensive, non-toxic and water-soluble oxidizing agent. Through a Box-Behnken factorial experimental design with three levels and three variables, the rate of conversion of fatty acids into esters was optimized, it was possible to observe that, among the process variables studied [concentration of Oxone® (%), temperature (°C) and reaction time (h)], the concentration of Oxone® was the only significant factor for the response variable of generation of ethyl esters (FAEEs). A conversion rate of >90% was achieved with 15% Oxone® at 42°C using a PFAD:ethanol molar ratio of 1:5 within 12 h of reaction time. The reaction system has a number of advantages such as mild conditions, simple operation, green nature and high conversion. Being a promising alternative to make biodiesel production as sustainable as possible.

Keywords Renewable biomass, Biodiesel production, Biofuel, Waste valorization, Sustainable fuel.

ÍNDICE DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1-Cromatograma do perfil do éster etílico correspondente aos ácidos graxos do DDOP.....	17
Figura 2-Gráfico de Pareto dos efeitos para a conversão (%).	20
Figura 3-Gráfico de superfície de resposta e de contorno.....	21
Figura 4-Análise do reuso de oxone® na reação de esterificação do DDOP.....	24
Figura 5-Espectros FTIR de Oxone® fresco, reutilizado e DDOP.....	28
Figura 6-Taxas conversão usando metanol, etanol, propanol e butanol.....	29

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1: Desenho fatorial Box–Behnken das três variáveis independentes e seus níveis de variação	13
Tabela 2: Composições de éster etílico determinadas por CG-EM-.....	17
Tabela 3: Matriz de design e respostas para os níveis das variáveis.....	18
Tabela 4: Razão molar entre DDOP e EtOH na produção de ésteres catalisada pelo sal Oxone® a 15%, 42 °C, por 12 h.....	22
Tabela 5: Conversão com diferentes concentrações de água	25
Tabela 6: Otimização da concentração de cat. com etanol 90%	25
Tabela 7: otimização da razão molar com etanol 90%.....	26
Tabela 8: Reuso de Oxone® com etanol 90%	26
Tabela 9: Taxa de conversão dos ácidos graxos do DDOP com etanol 90%	27
Tabela 10: Exemplos de uso de catalisadores na esterificação de diferentes matérias-primas fontes de AGL em ésteres metílicos e etílicos.....	30

INDICE DE ABREVIACOES, SIGLAS E SMBOLOS

°C: Grau celsius.

AGL: Ácidos graxos livres.

BBD: Box-Behnken design.

CG-EM: Cromatografia Gasosa acoplada à Espectrometria de Massas.

cm: centmetros.

DDOP: Destilado de desodorizao do leo de palma.

DDOs: Destilados desodorizantes.

EtOH: Etanol.

FTIR: Infravermelho por transformada de Fourier.

g/ml: Gramas por mililitro.

g: gramas.

KOH/g: Hidrxido de potssio por grama.

kpa: kilo pascal.

mg: miligramas.

ml: mililitros.

mm Hg: milmetros de mercrio.

P.A: Padro Analtico.

rpm: rotaes por minuto.

RSM: Response Surface Methodology.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	4
2. JUSTIFICATIVA	6
3. PROBLEMÁTICA.....	7
4. OBJETIVOS.....	8
4.1 GERAL	8
4.2 ESPECÍFICOS.....	8
5. REFERENCIAL TEÓRICO	9
5.1 Biodiesel.....	9
5.2 Destilado de desodorização do óleo de palma (DDOP)	10
5.3 Peroximonossulfato de potássio	11
5.4 Planejamento fatorial Box-Behnken	12
6. MATERIAIS E MÉTODOS.....	13
6.1 Reagentes e solventes	13
6.2 Planejamento experimental	13
6.3 Procedimento geral de reação	14
6.4 Reuso do Catalisador	14
6.5 Teste da atividade de oxone® com álcoois hidratados.....	15
6.6 Quantificação dos ésteres graxos.....	15
6.7 Caracterização dos ésteres por CG-EM.....	16
6.8 Análise de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR).....	16
7. RESULTADOS E DISCUSSÕES	16
7.1 Composição dos AGL do DDOP.....	16
7.2 Otimização da reação pelo projeto experimental.....	18
7.3 Efeito da razão molar.....	21
7.4 Reutilização do catalisador na reação	23
7.5 Uso de oxone® com álcoois hidratados	25
7.6 Análise de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)	27
7.7 Obtenção de biodiesel com diferentes álcoois alquílicos.....	28
7.8 Comparação com outros catalisadores	29
8. CONSIDERAÇÕES FINAIS	31
REFERÊNCIAS	33

1. INTRODUÇÃO

A demanda global de energia é suprida principalmente por fontes não renováveis, como petróleo, carvão e gás natural. No entanto, questões econômicas e ambientais relacionadas à emissão de gases de efeito estufa, preços altos e esgotamento das reservas de combustíveis fósseis têm motivado a busca por fontes alternativas de energia renováveis e menos poluentes (CORREA *et al.*, 2020; OLIVEIRA *et al.*, 2019; PANTOJA *et al.*, 2013). Nas últimas décadas, o biodiesel tem atraído grande atenção como uma promissora alternativa, total ou parcial, ao diesel. O biodiesel é constituído de uma mistura de ésteres monoalquílicos, principalmente etílico ou metílico e possui características desejáveis, como não toxicidade, biodegradabilidade, menor emissão de gases poluentes e pode ser obtido a partir de óleos vegetais, gordura animal, cianobactérias e resíduos de óleo (OLIVEIRA *et al.*, 2020; PERIN *et al.*, 2018; LIMA *et al.*, 2019; FERNANDES *et al.*, 2018).

Diversas pesquisas tem mostrado o uso promissor de matérias-primas de baixo custo com altos níveis de ácidos graxos livres (AGL) para a síntese de ésteres monoalquílicos pela reação de esterificação ou transesterificação (PERIN *et al.*, 2018; AGUIEIRAS *et al.*, 2017; NASCIMENTO *et al.*, 2011). Entre as matérias-primas com potencial aplicação para a síntese de ésteres destaca-se o destilado de desodorização do óleo de palma (DDOP), que pode ser obtido durante uma das etapas do processo de refino do óleo de palma. O DDOP é um subproduto com alto teor de ácidos graxos livres (84% em peso), triglicerídeos (10% em peso), esteróis, vitamina E e esqualeno (KAPOR *et al.*, 2017). Portanto, o estudo da reação de esterificação do DDOP tem sido uma proposta atraente para mitigar os impactos negativos decorrentes do descarte desses resíduos no meio ambiente, com base no uso de seus constituintes (AGL) para a geração de coprodutos de maior valor agregado, como éster metílico ou etílico de ácido graxo (LIMA *et al.*, 2019).

Nesse caso, o uso de catalisadores ácidos sólidos, capazes de catalisar as reações de esterificação dos ácidos graxos presentes no DDOP, são ideais. O seu uso permite que a reação seja conduzida sob condições leves e moderadas de temperatura e pressão (OLIVEIRA *et al.*, 2019; PASCOAL *et al.*, 2020). Também há uma menor geração de subprodutos e efluentes, uma vez que os catalisadores

sólidos são altamente ativos e comparáveis aos ácidos homogêneos. Além disso, o seu uso simplifica a etapa de separação e reuso do catalisador no final do processo (FERREIRA *et al.*, 2017; NASCIMENTO *et al.*, 2011; CARMO *et al.*, 2009).

O sal Oxone®, É um sal triplo estável contendo peroxi monossulfato de potássio ($2\text{KHSO}_5 \cdot \text{KHSO}_4 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4$), é um agente oxidante eficaz e nos últimos anos, reações promovidas por Oxone® foram amplamente divulgadas, por causa de sua estabilidade térmica, solubilidade em água, baixo custo, Natureza “verde” não tóxica, subprodutos não poluentes e maior custo-benefício quando comparado a outros agentes oxidantes. Devido a isso, tornou-se popular para transformações oxidativas (JUNIOR *et al.*, 2021; PERIN *et al.*, 2018). Em alguns trabalhos já foi relatado o uso eficiente de Oxone® para esterificação oxidativa direta de aldeídos. Hou, Wang e Quan (2018), relataram a esterificação direta de ácidos carboxílicos catalisada por Oxone® (20% molar) . No entanto, ainda não foi relatado seu uso para a esterificação de ácidos graxos de resíduos como o DDOP.

Portanto, torna-se interessante investigar o uso oxone® como catalisador alternativo aos catalisadores já relatados para esterificação do DDOP. Além disso, é possível tornar o processo reacional ainda mais eficiente otimizando os parâmetros de tempo de reação, porcentagem de catalisador e temperatura por meio de um planejamento fatorial Box-Behnken acompanhado com a metodologia de superfície de resposta (HOLANDA *et al.*, 2019). Também pode ser avaliado o efeito de diferentes parâmetros operacionais como a razão molar entre o álcool e os AGL e também estudos de reutilização do catalisador e de lixiviação de seus sítios ativos (OLIVEIRA *et al.*, 2019).

2. JUSTIFICATIVA

O efeito estufa e o aquecimento global são fenômenos que vem se intensificando com a utilização de combustíveis fósseis como petróleo, carvão e gás natural. Essas fontes de energia poluentes e não renováveis ainda são as mais utilizadas e eventualmente se esgotarão, já que levam milhares de anos para se recompor. O que também pode levar a um aumento de seus preços, portanto, torna-se relevante o estudo de fontes de energia alternativas, menos poluentes e de baixo custo (LIMA *et al.*, 2019). Dentre as possibilidades para substituição do diesel a base de petróleo, o biodiesel tem se tornado a mais promissora devido características desejáveis, como não toxicidade, biodegradabilidade e menor emissão de gases tóxicos (OLIVEIRA *et al.*, 2020).

Nas indústrias de produção de óleos vegetais é comum a geração de rejeitos como subprodutos do processo de refino. Essas matérias-primas são ricas em compostos como AGL e na maioria das vezes são mal aproveitadas e descartadas na natureza (AGUIEIRAS *et al.*, 2017). Portanto, o objetivo desta pesquisa é investigar a reação de esterificação dos ácidos graxos presentes no DDOP catalisada por Oxone® a fim de produzir ésteres alquílicos. O que fornece uma alternativa de melhor aproveitamento e geração de valor do que seu descarte no meio ambiente e também a geração de um biocombustível sustentável de baixo custo.

3. PROBLEMÁTICA

Conforme alertado por Aguiéiras, Souza e Langone (2013), apesar dos avanços tecnológicos, ainda existe uma grande dependência dos combustíveis fósseis e há um grande interesse no uso e aprimoramento de fontes alternativas de energia e que sejam renováveis. A substituição do diesel a base de petróleo pelos biocombustíveis tem se tornado prioridade nas políticas energéticas de vários países.

A queima de combustíveis fósseis é responsável por danos ao meio ambiente e a saúde humana devido a emissão de componentes tóxicos como monóxido de carbono, dióxido de enxofre e óxidos de nitrogênio. Estes contribuem para problemas ambientais como a chuva ácida e efeito estufa. Também é comum acidentes ambientais durante o processo de extração e transporte do petróleo. Em comparação, os biocombustíveis são biodegradáveis, renováveis e sua queima é praticamente livre de enxofre e compostos aromáticos (LIMA *et al.*, 2019).

Na indústria, durante o processo de refino de óleos vegetais são geradas toneladas de resíduos, muitos desses são ricos em compostos como ácidos graxos livres, triglicerídeos, esqualeno etc. Dentre essas matérias primas de baixo custo destaca-se o destilado de ácido graxo da palma (DDOP) que possui um elevado teor de AGL. Seu uso é interessante para produção de biodiesel, uma vez que, o Brasil é um dos maiores produtores de óleo de palma. E é necessário criar alternativas de tratamento e/ou transformação que possam minimizar o impacto do descarte de tais resíduos e explorar seu potencial de uso (PIRES *et al.*, 2014).

4. OBJETIVOS

4.1 GERAL

- Obter ésteres monoalquílicos de ácidos graxos a partir do Destilado de desodorização do óleo de palma com oxone®.

4.2 ESPECÍFICOS

- I. Identificar os parâmetros de maior influência na reação (tempo, temperatura e concentração de catalisador);
- II. Identificar e quantificar os ácidos graxos presentes no DDOP;
- III. Verificar a capacidade de retenção e reuso do catalisador;
- IV. Verificar os efeitos da razão molar entre os AGL e Oxone®.

5. REFERENCIAL TEÓRICO

5.1 Biodiesel

Apesar dos avanços científicos e tecnológicos na produção de energia, os combustíveis fósseis ainda estão entre as fontes mais utilizadas, entretanto, o petróleo não é renovável e suas jazidas levam milhões de anos para se recompor. Com isso os seus derivados tendem a se tornar cada vez mais caros. Além do fator econômico, o diesel contribui para fenômenos ambientais como o efeito estufa e chuva ácida, já que a sua queima libera gases poluentes como monóxido de carbono, óxido de nitrogênio e enxofre. O biodiesel tem sido uma alternativa atraente por ser renovável, biodegradável, não tóxico, ser livre de enxofre e compostos aromáticos além de possuir uma fração maior de cetano, índice que mede a qualidade de ignição do combustível. Seu uso tem uma emissão muito menor de poluentes e reduz a liberação de monóxido de carbono, hidrocarbonetos residuais e material particulado quando comparado ao diesel (PANTOJA *et al.*, 2018).

O biodiesel é composto por ésteres alquílicos de ácidos graxos e pode ser produzido a partir das reações de transesterificação de triglicerídeos ou esterificação de ácidos graxos livres (AGL), o processo de reação ocorre utilizando álcoois de cadeia curta na presença de um catalisador, NaOH e H₂SO₄ são os catalisadores homogêneos mais utilizados, apesar de serem eficientes possuem algumas desvantagens como a dificuldade de separá-los do produto final e geração de efluentes (OLIVEIRA *et al.*, 2019; PALADINO; NEVIANI, 2018).

Um dos principais pontos negativos debatidos em relação ao biodiesel é o seu custo de produção que acaba sendo até 1,5 vezes o do diesel. Também existe a baixa disponibilidade de óleos vegetais crus como matéria-prima, uma vez que, são mais empregados no setor alimentício e de cosméticos (PANTOJA *et al.*, 2018). Entretanto, o biodiesel também pode ser obtido de outros tipos de biomassa como gordura animal, cianobactérias e resíduos de óleo. A fim de torná-lo um combustível ainda mais sustentável e ambientalmente benigno é possível utilizar matérias-primas de segunda geração que normalmente são descartadas ou que são subaproveitadas. A utilização desse tipo de resíduo não compete com alimentos e nos dá um processo de reciclagem além da redução dos custos de produção do

biodiesel (OLIVEIRA *et al.*, 2020; PERIN *et al.*, 2018; LIMA *et al.*, 2019; FERNANDES *et al.*, 2018; NASCIMENTO *et al.*, 2011).

5.2 Destilado de desodorização do óleo de palma (DDOP)

O óleo de palma também conhecido como azeite de dendê é extraído do dendezeiro (*Elaeis guineenses*), uma palmeira nativa da África que chegou ao Brasil no século XVII e se adaptou ao clima tropical. Diferentemente de outros óleos vegetais, o processo de extração do óleo de palma é físico. Da polpa do fruto se extrai o óleo de palma e das amêndoas o óleo de palmiste. Ambos diferem no teor de ácidos graxos. O primeiro possui em sua composição concentrações maiores de ácido palmítico e oleico. Enquanto o segundo, possui maior quantidade de ácido láurico. A palma é um cultivo interessante para indústria de óleos vegetais, pois, produz até 5 vezes mais óleo do que outras espécies vegetais e por esse motivo o Brasil está no rank dos maiores produtores (FERREIRA; AZEVEDO-RAMOS, 2020).

Devido a biodiversidade da floresta amazônica o Brasil está entre os maiores produtores de óleos vegetais que são empregados na indústria alimentícia, de cosméticos e farmacêutica. O uso de óleos vegetais refinados para produção de biocombustíveis compete com seu uso alimentício além de encarecer o biodiesel. Entretanto, para obtenção dos óleos vegetais são necessárias diversas etapas desde a extração ao refino que envolvem processos físicos e químicos para remover substâncias indesejáveis que afetam a cor, odor, textura e estabilidade oxidativa. Ao término do processo são gerados em torno de 6% de resíduos removidos do óleo bruto. Essa matéria-prima de segunda geração tem um décimo do preço do óleo refinado e é rica em ácidos graxos (PANTOJA *et al.*, 2018).

Esses subprodutos acabam por ser descartados no meio ambiente sem o devido cuidado com potenciais riscos e sem a devida destinação. Dentre esses destaca-se a classe dos destilados de desodorização (DDOs). Que se classificam como uma matéria-prima de segunda geração, de baixo custo e com potencial aplicação para síntese de biocombustíveis e demais produtos de maior valor agregado (AGUIEIRAS *et al.*, 2017). A composição dos DDOs varia de acordo com a matéria-prima e etapas do processo de refino. No geral apresentam um teor de ácidos graxos entre 25% e 75% (CORREA *et al.*, 2011).

As etapas de refino do óleo de palma são: Degomagem, neutralização, branqueamento e desodorização. Na primeira etapa, são removidos fosfatídeos, proteínas e substâncias coloidais do óleo bruto. Na segunda etapa, ocorre o processo de neutralização, tendo como objetivo, a eliminação de ácidos graxos livres e outros pigmentos, peróxidos, sabões e alguns fosfolipídios resultantes do óleo vegetal. O último procedimento realizado é a desodorização que ocorre a 200°C com pressão inferior a 10 mm Hg na qual são removidos resíduos de degradação de carotenoides, e compostos voláteis que conferem mau odor, além de ácidos graxos. O produto final é o óleo de palma refinado e o destilado de desodorização do óleo de palma (VERNIER, 2021).

O DDOP é um subproduto obtido durante o processo refino do óleo de palma bruto e corresponde a 4% do produto refinado. Trata-se de uma espécie de graxa (viscosidade a 60°C=12,296 mm²/S; densidade a 60 °C= 0,862 g/ml; teor de água <0,5%; estabilidade oxidativa>150h; índice de acidez=177,15 mg KOH/g) e sua composição consiste em uma mistura de mais de 84% em peso de ácidos graxos livres(42% palmítico, 41% oleico, 10% linoleico, 5% esteárico, 1% láurico e 1% mirístico), 12% em peso de triglicerídeos, além de vitamina E, esteróis, esqualeno e componentes voláteis (OLIVEIRA *et al.*, 2019). É interessante investigarmos os potenciais usos do DDOP por se tratar de um resíduo de grande disponibilidade no país, uma vez que, o Brasil se encontra entre os maiores produtores mundiais de óleo de soja e de palma (AGUIEIRAS *et al.*, 2017).

5.3 Peroximonossulfato de potássio

O sal oxone® (2 KHSO₅ · KHSO₄ · K₂SO₄), trata-se de um sal triplo estável contendo proximonossulfato de potássio, seu uso tem sido amplamente relatado como um agente oxidante eficaz capaz de promover Transformações como sulfetos em sulfonas, cetonas em dioxiranos, oxidação da ligação C-H, epoxidação de olefinas, clivagem oxidativa de olefinas, halogenação de olefinas e compostos aromáticos. Outra vantagem é a sua solubilidade em água e em uma ampla variedade de solventes como metanol, acetona ou dimetilformamida ou uma mistura desses (JUNIOR *et al.*, 2021).

já foi relatado por Hou, Wang e Quan (2018), como um excelente catalisador para esterificação direta de ácidos carboxílicos. Processo esse que pode ser realizado em condições moderadas de temperatura e pressão, além de ser eficiente com grupos ricos e deficientes em elétrons e com uma ampla variedade de substratos. Além disso, oxone® é um catalisador ácido sólido de fácil recuperação e manipulação, baixo custo, subprodutos não poluentes e hidrossolubilidade. É capaz de fornecer ésteres com excelentes rendimentos, porém, sem as desvantagens de outros catalisadores tradicionais como NaOH e H₂SO₄. Porém, ainda não foi relatado o seu uso em reações com resíduos como o DDOP que possuem impurezas e uma variada composição química (HOU; WANG; QUAN, 2018).

5.4 Planejamento fatorial Box-Behnken

O planejamento fatorial Box-Behnken permite avaliar as interações entre as variáveis presentes no processo estudado, identificando os fatores que mais influenciam na resposta esperada. Apenas avaliar os resultados obtidos de forma direta pode gerar erros, pois, não são levados em consideração os efeitos entre os parâmetros estudados que podem se influenciar mutuamente e o valor ideal para uma variável pode depender do valor de outra (ALMEIDA, 2022). As variáveis que se mostrarem significantes podem ser otimizadas por uma metodologia de superfície de resposta (MARTENDAL *et al.*, 2007). A metodologia de superfície de resposta compreende um conjunto de técnicas estatísticas que permitem a otimização do desempenho em processos que múltiplas variáveis influenciam o desempenho de um processo que é chamado de resposta. (MYERS; MONTGOMERY, 1995).

Conforme descrito por Holanda *et al.*, (2019), um planejamento fatorial Box-Behnken de três níveis e três variáveis pode ser uma estratégia viável para determinar a melhor combinação de parâmetros e maximizar o rendimento de um processo reacional e gastar uma menor quantidade de recursos, além de evitar um número excessivo de experimentos que também reduz os custos com insumos no processo. Dessa forma, esse tratamento pode ser aplicado a fim de otimizar os parâmetros de tempo, temperatura e concentração de catalisador da reação de esterificação do DDOP catalisada por oxone®.

6. MATERIAIS E MÉTODOS

6.1 Reagentes e solventes

Oxone® ($\text{KHSO}_5\text{-}0,5\text{KHSO}_4\text{-}0,5\text{K}_2\text{SO}_4$) foi adquirido da Sigma-Aldrich (São Paulo, Brasil). Acetato de etila (99%) e n-hexano (99%) foram obtidos da Panreac Company, metanol (99%), etanol (99,5%), álcool isopropílico (98%) e n-butanol (98%) foram fornecidos pela Synth (São Paulo, Brasil). O DDOP proveniente do processo de refino do óleo de palma foi fornecido pela Companhia Refinadora da Amazônia (Belém, Brasil). A composição de ácidos graxos do DDOP foi comparada com as informações da literatura.

6.2 Planejamento experimental

A otimização das condições de reação foi realizada por meio de uma análise preliminar dos efeitos dos parâmetros de tempo de reação (h), temperatura ($^{\circ}\text{C}$) e concentração de catalisador (%) na taxa de conversão. Os ajustes necessários foram implementados usando um projeto fatorial Box-Behnken, conforme descrito por Holanda *et al.*, (2019), juntamente com a metodologia de superfície de resposta (RSM), para otimizar a taxa de esterificação do DDOP. Cada projeto experimental teve três fatores independentes (tempo de reação (h), temperatura ($^{\circ}\text{C}$), e conteúdo de catalisador (%)) variando em três níveis (-1, 0, 1).

Um total de 15 conjuntos de experimentos foram conduzidos para obter a resposta experimental da conversão do biodiesel. A taxa de esterificação DDOP foi adotada como a resposta dependente. As variáveis independentes foram designadas como X1, X2 e X3 e seus respectivos níveis são mostrados na Tabela 1.

Tabela 1: Desenho fatorial Box–Behnken das três variáveis independentes e seus níveis de variação.

Fator	Parâmetros	Níveis		
		-1	0	+1
X1	Catalisador(%)	10	15	20
X2	Temperatura($^{\circ}\text{C}$)	30	40	50
X3	Tempo(h)	6	12	24

Fonte: Autor, 2021.

Os dados experimentais permitiram o ajuste de um modelo polinomial de segunda ordem para prever a conversão, com base em níveis de fatores independentes, conforme indicado na Equação 1.

$$Y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_{11} x_1^2 + \beta_{22} x_2^2 + \beta_{33} x_3^2 + \beta_{12} x_1 x_2 + \beta_{13} x_1 x_3 + \beta_{23} x_2 x_3 \quad (1)$$

onde Y é a resposta prevista; β_0 é a constante do modelo; β_1 , β_2 e β_3 são os coeficientes lineares; β_{11} , β_{22} e β_{33} são os coeficientes quadráticos; β_{12} , β_{13} e β_{23} são os coeficientes de interação; e x_1 , x_2 e x_3 são as variáveis independentes. Todas as análises foram realizadas com o software STATISTICA® (versão 10; Statesoft Inc., Tulsa, EUA; versão de teste, 2011). A análise de variância (ANOVA) foi usada para avaliar a significância, influência e interações das variáveis independentes.

6.3 Procedimento geral de reação

Em um balão de fundo redondo de 5 ml foi posto para reagir 0,5 g do destilado de ácido graxo de palma (DDOP), 2 mL de etanol e Oxone® como catalisador nas proporções de 10, 15 e 20% (p / p) sob agitação magnética (300 rpm). Os efeitos do tempo (h), temperatura (° C) e concentração de catalisador (%) na reação foram investigados, conforme indicado na Tabela 1. Após a reação, o catalisador foi separado por centrifugação e o excesso de etanol removido por evaporação a 70 °C durante 2 h. A conversão percentual do DDOP para o éster etílico de ácido graxo foi estimada por meio de titulação com uma solução de hidróxido de sódio (0,1 mol L⁻¹), conforme descrito na literatura por Nascimento *et al.*, (2011).

6.4 Reuso do Catalisador

Uma série de reações com o catalisador recuperado foram realizadas após a otimização das condições pelo planejamento fatorial. Após cada reação, o catalisador foi removido da mistura de reação por centrifugação (4000 rpm por 5 min). Em seguida, lavado com hexano para remover possíveis resíduos de óleo e compostos não polares da superfície do catalisador, por fim, o conteúdo foi seco em forno a 80 °C por 2 h. O mesmo procedimento foi repetido para todos os ciclos a fim de avaliar seu potencial de reuso.

6.5 Teste da atividade de oxone® com álcoois hidratados

Com o propósito de otimizar ainda mais o processo reacional, foram investigados os possíveis efeitos da melhora da atividade catalítica do sal pela sua solubilidade parcial no álcool. Foi testada a reação de esterificação do DDOP com oxone® utilizando álcoois com uma maior porcentagem de água. Uma série de reações foram realizadas investigando essa possível melhora e a taxa de água ideal no meio, uma vez definida a taxa de água ideal, também foram otimizados os demais fatores (razão molar, tempo e concentração de catalisador). As reações iniciais utilizaram 3 g de DDOP, na razão molar de 1:5 com o álcool etílico, Oxone® como catalisador na proporção de 15% p/p em um balão de fundo redondo de 250 ml usando um agitador magnético (300 rpm) sob refluxo por 5 horas. Após a reação, foi adicionado 3 ml de hexano no balão, o catalisador não diluído no meio foi removido por centrifugação. Em seguida, a fase líquida foi transferida para um funil de separação, e lavada com 5 ml de água destilada 3 vezes, a fase orgânica foi separada e seca com sulfato de sódio, filtrada e posta na estufa para evaporação do solvente. O mesmo procedimento reacional foi realizado com etanol contendo diferentes porcentagens de água (99%, 90%, 80% e 70%) a fim de encontrar aquela com melhor rendimento sem que houvesse saponificação ou qualquer tipo de interferência da hidratação no processo. Álcool etílico 99% foi utilizado como base para as diluições.

6.6 Quantificação dos ésteres graxos

A porcentagem de conversão dos ácidos graxos em ésteres foi estimada por titulação da quantidade de ácidos graxos na amostra, como a relação entre o valor de ácido inicial e o valor após a reação, conforme descrito na literatura por Nascimento *et al.*, (2011). O procedimento foi realizado em triplicata para cada uma das reações e a conversão determinada de acordo com a Equação 2.

$$\%Cv = \frac{(Ai - Af) * 100}{Ai} \quad (2)$$

Onde “% Cv” se refere a porcentagem de conversão de ésteres, “Ai” se refere ao nível de acidez inicial, e “Af” refere-se à acidez final após cada reação.

6.7 Caracterização dos ésteres por CG-EM

A composição dos ésteres obtidos a partir do DDOP foi determinada por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas usando um aparelho Shimadzu / GC 2010 acoplado a um autoinjeter (Shimadzu AOC-5000) e um detector de impacto de feixe de elétrons (Shimadzu MS2010 Plus) (70 eV), equipado com uma coluna de sílica fundida DB-5MS (Agilent J & W Advanced; 30 m × 0,25 mm × 0,25 mm) (65 kPa). Os ésteres de ácidos graxos foram identificados pelo perfil de comparação do espectro de fragmentação com aqueles contido no software CG-MS (banco de dados MS, NIST 5.0).

6.8 Análise de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

Os espectros de FTIR foram registrados em um espectrômetro SHIMADZU IRAffinity-1. As amostras (Oxone® fresco, Oxone® reutilizado e DDOP) foram preparadas como filmes finos, e os espectros foram registrados entre 4000-400 cm^{-1} com resolução de 2 cm^{-1} , com média de 64 varreduras.

7. RESULTADOS E DISCUSSÕES

7.1 Composição dos AGL do DDOP

A composição química do DDOP foi identificada por cromatografia gasosa acoplada com um espectrômetro de massas (Tabela 2 e Figura 1). Este resultado mostrou que o perfil de ácidos graxos consiste em 62,3% de ácidos graxos saturados, predominantemente constituído de ácido palmítico (54,3%), que é relevante para características do biodiesel, como estabilidade e volatilidade, e 33,4% de ácidos graxos monoinsaturados com predominância de ácido oleico (33,4%).

Assim, o material teve níveis equilibrados de ácidos graxos saturados e insaturados, que podem levar ao desenvolvimento de Produtos de base oleoquímica com boas propriedades. Alguns outros estudos também mostraram que a composição do DDOP é composta predominantemente por ácidos graxos saturados. Fernandes *et al.*, (2018) relataram que a composição do destilado de ácido graxo da palma consistia principalmente de ácido palmítico (43,7%) e ácido oleico(42,8%), quando 4% (p/p) de lipase *Candida rugosa* foi utilizada no processo de esterificação. Agueiras *et al.*, (2017) também observaram que a composição de ácidos graxos do

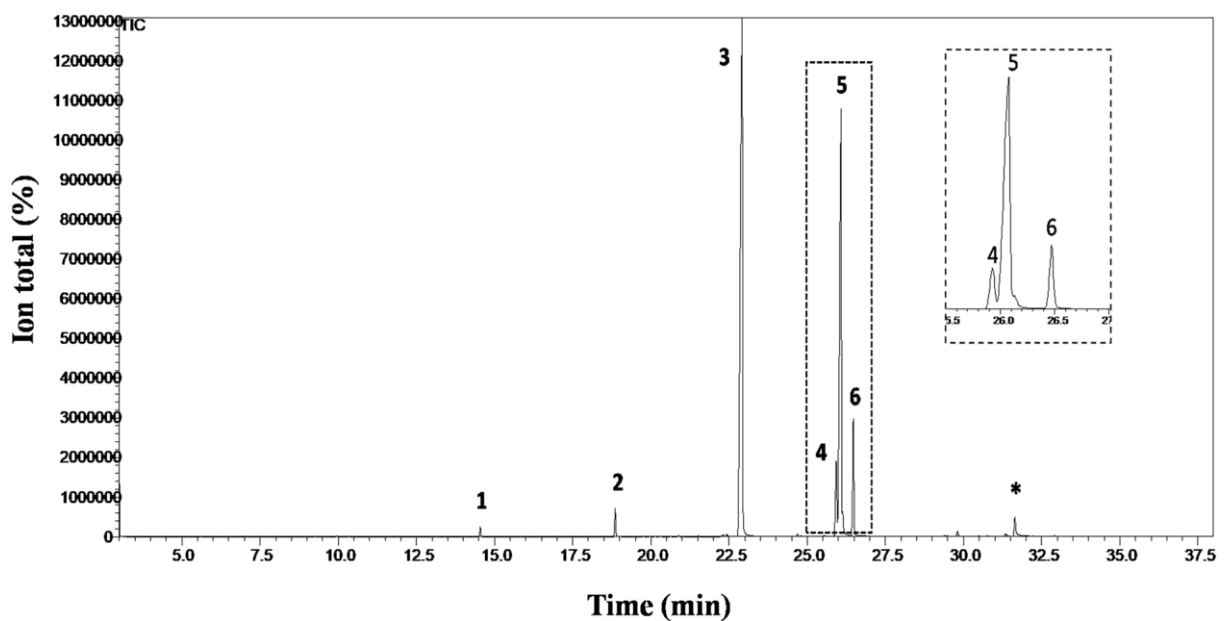
DDOP era principalmente ácido palmítico (46%) e ácido oleico (37%), quando catalisado pela lipase imobilizada *Lipozyme*®.

Tabela 1: Composições de éster etílico determinadas por CG-EM.

Ácido graxo	Pico	Concentração relativa
Láurico (C12:0)	1	0.5
Mirístico (C14:0)	2	1.3
Palmítico (C16:0)	3	54.3
Linoleico (C18:2, ν -6)	4	4.3
Oleico (C18:1, ν -9)	5	33.4
esteárico (C18:0)	6	6.2
Total saturado		62.3
Total monoinsaturado		33.4
Total poli-insaturado		4.3

Fonte: Autor, 2021.

Figura 1- Cromatograma do perfil do éster etílico correspondente aos ácidos graxos do DDOP. Picos: (1) Láurico; (2) Mirístico; (3) Palmítico; (4) Linoleico; (5) Oleico; (6) Ácido esteárico. * Impureza.



Fonte: Autor, 2021.

7.2 Otimização da reação pelo projeto experimental

A otimização do valor de conversão dos ácidos graxos do DDOP em biodiesel foi baseada em um planejamento fatorial, auxiliado pelo software estatística V.10. Esse tipo de simulação experimental evita números excessivos e desnecessários de experimentos para otimizar a conversão (ANDERSEN *et al.*, 2012). A Tabela 3 ilustra as condições das variáveis estudadas no desenho experimental (Box-Behnken) e os resultados da conversão de ésteres etílicos do DDOP, catalisado pelo sal oxone®. Conforme mostrado na Tabela 3, o rendimento do biodiesel etílico variou de 0,35% a 93,9%. A maioria resultados de conversão extensivos (> 90%) foram nas seguintes execuções: Experimento 3 - (93,3% com Oxone ® a 10% a 50 ° C durante 12 h de reação); Experimento 4 - (93,9% com 20% de Oxone ® a 50 ° C por 12 horas de reação); e Experimento 13 - (15% Oxone®, 40 ° C e 12 horas de reação).

Tabela 3: Matriz de design e respostas para os níveis das variáveis.

Entrada	Níveis variáveis não codificados e codificados					Respostas (Rendimento%)	
	X1		X2		X3		
1	10	- 1	30	- 1	12	0	35.83
2	20	1	30	- 1	12	0	50.31
3	10	- 1	50	1	12	0	93.27
4	20	1	50	1	12	0	93.86
5	10	- 1	40	0	6	- 1	0.68
6	20	1	40	0	6	- 1	22.00
7	10	- 1	40	0	24	1	58.82
8	20	1	40	0	24	1	89.12
9	15	0	30	- 1	6	- 1	0.35
10	15	0	50	1	6	- 1	46.32
11	15	0	30	- 1	24	1	86.23
12	15	0	50	1	24	1	89.55
13	15	0	40	0	12	0	91.59
14	15	0	40	0	12	0	86.32

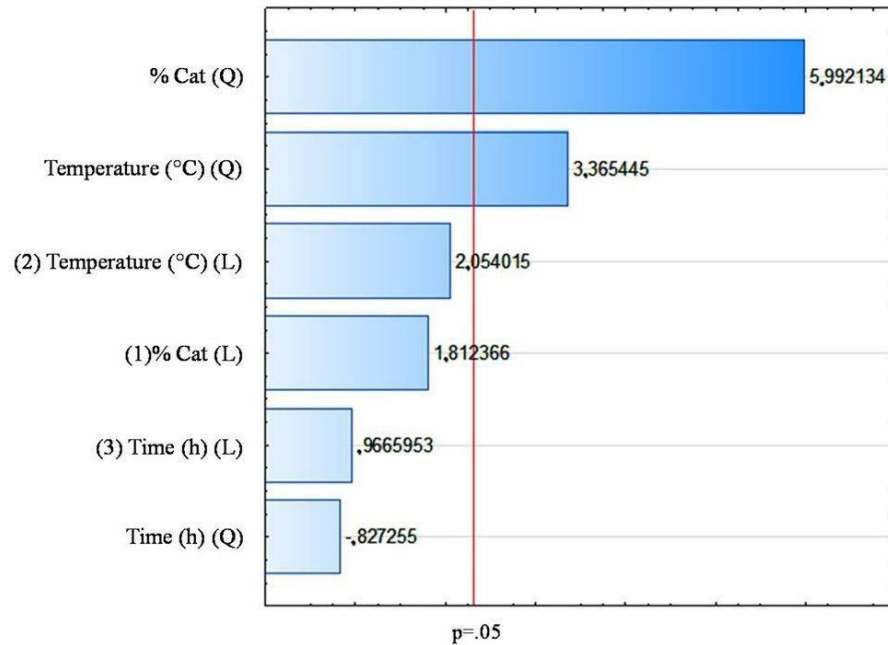
15	15	0	40	0	12	0	84.11
----	----	---	----	---	----	---	-------

Fonte: Autor, 2021.

A variação na proporção de Oxone® (10, 15 e 20%) que foi usado como catalisador na reação exerceu grande influência nos rendimentos obtidos. O valor estatístico crítico estimado foi 15,5%. Em relação à temperatura, os melhores rendimentos foram quando a reação foi realizada a 40 °C e 50 °C. O valor estatístico crítico gerado foi de 42 °C. Em relação à variável de tempo gasto para obter biodiesel, 12 horas (como ponto central) foi mais eficaz nos valores de conversão. O valor crítico gerado foi de 11,9 horas. Deve-se notar que por meio das respostas otimizadas pelo desenho experimental para a reação de esterificação de ácido graxo de palma (DDOP) catalisada por Oxone®, estimou-se que o rendimento máximo seria produzido quando 15% Oxone® fosse usado como o catalisador a 42 °C por 12 horas de agitação magnética.

Por meio dos dados obtidos com o delineamento experimental, também foi possível gerar um Gráfico de Pareto (Figura 2), mostrando a interação entre os três fatores avaliados no estudo de otimização para obtenção de biodiesel etílico. Os fatores mais significativos foram além da linha vertical (risco de erro de 5%): influenciaram diretamente na resposta obtida e o comprimento da barra caracterizou a importância estimada de cada variável (GHASEMI *et al.*, 2011). De acordo com o gráfico de Pareto, os fatores que mais influenciaram significativamente a conversão do DDOP em biodiesel etílico foram os proporção do catalisador e a temperatura. Isso também ficou evidente no presente estudo: os valores quadráticos (Q) de % de catalisador e temperatura foram os fatores mais significativos.

Figura 2-Gráfico de Pareto dos efeitos para a conversão (%).



Fonte: Autor, 2021.

De acordo com a análise de variância ANOVA (material complementar), o coeficiente R^2 foi determinado como 0,87, indicando que 87% da variabilidade das respostas poderiam ser explicadas pelo modelo, e que para o modelo ser considerado proficiente, o valor de R^2 precisava ser 0,75 ou mais (HAALAND, 1989). Conseqüentemente, o modelo demonstrou ser satisfatório para os dados experimentais e estimou de forma convincente a resposta dentro do escopo estudado das variáveis independentes.

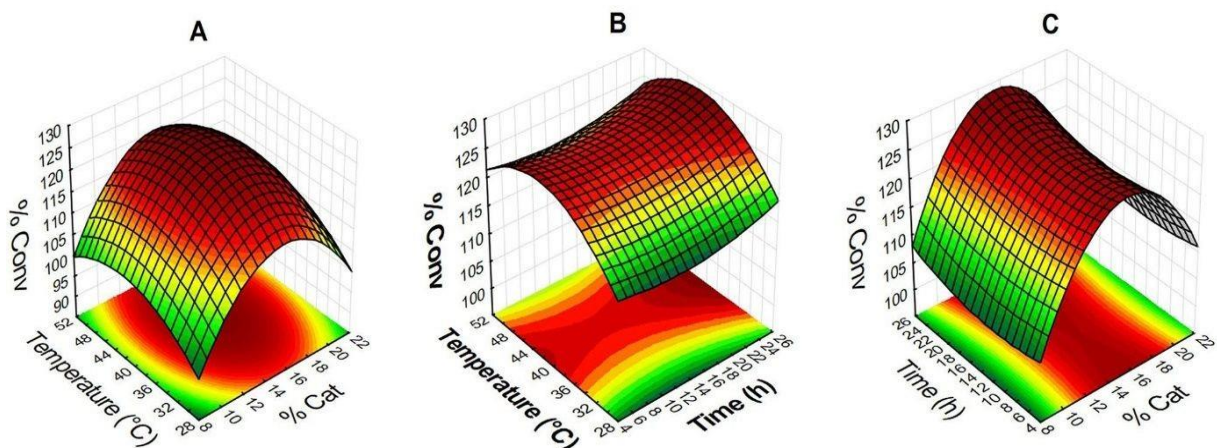
Gráficos de superfície de resposta 3D também foram gerados a partir dos resultados do planejamento experimental. Estes foram usados para estimar as melhores condições para o rendimento de conversão dos ésteres etílicos e para auxiliar na localização de possíveis pontos ótimos (CAMPARINI *et al.*, 2009). Os efeitos interativos de duas variáveis independentes sobre o rendimento da esterificação do DDOP catalisada por oxone® são mostrados na Figura 3.

A Figura 3A mostra o efeito sobre o rendimento do biodiesel da interação da temperatura (° C) com a % de catalisador. Nessa interação, pode-se observar que o rendimento máximo de biodiesel aumenta com elevação da temperatura e atinge um

ponto máximo a 44 °C com 15% de catalisador. Isso corrobora o resultado do experimento 13 (91,6%; com 15% Oxone® e 40 ° C). Com o aumento gradual da temperatura de reação, o rendimento é gradualmente reduzido. Isso pode estar relacionado a evaporação do etanol (78 °C). A Figura 3B mostra a interação entre temperatura e tempo de reação. Novamente, os melhores rendimentos foram alcançados dentro de uma faixa de temperatura de 40 a 44 ° C. A influência do tempo de reação foi baixa, uma vez que o rendimento máximo de biodiesel ocorreu em um intervalo de tempos a partir de 6 a 20 horas.

A Figura 3C mostra a interação da concentração de Oxone®, como um catalisador, com o tempo de reação. O rendimento máximo obtido foi quando a proporção do catalisador ficou entre 14 e 15%. O tempo de reação foi variável, mas, novamente, sem influência significativa. As interações mostradas nos gráficos de superfície de resposta corroboram os melhores resultados, que foram dos experimentos 3, 4 e 13 (Tabela 3).

Figura 3-Gráfico de superfície de resposta e de contorno da esterificação em função da temperatura A (x2) e % Cat (x1); B temperatura (x2) e tempo (x3); Tempo C (x3).



Fonte: Autor, 2021.

7.3 Efeito da razão molar

O efeito da razão molar entre DDOP e o álcool é fundamental nesta reação, uma vez que o excesso de etanol pode diluir a concentração do catalisador por unidade de volume do sistema, assim mudando o rendimento da reação (JORDANOV *et al.*, 2007). Além disso, o excesso de etanol também aumenta a solubilidade do glicerol, que influencia o processo de separação e reduz a produção

de biodiesel (MUSA, 2016). No entanto, a quantidade certa de etanol em excesso pode inclinar o equilíbrio da reação química para o produto, aumentando assim o rendimento do biodiesel (BALAT, 2008; JORDANOV *et al.*, 2007). A esterificação foi realizada usando proporções de 1:25 a 1:1, com proporções de álcool para o DDOP conforme descrito por Correa *et al.*, (2020) (Tabela 4).

Tabela 4: Razão molar entre DDOP e EtOH na produção de ésteres catalisada pelo sal Oxone® a 15%, 42 °C, por 12 h.

Razão molar DDOP/etanol	DDOP (g)/ Etanol (g)	Conversão(%)
1:25	0.5/1.578	93.64
1:20	0.5/1.262	90.24
1:15	0.5/0.946	87.72
1:10	0.5/0.631	92.61
1:5	0.5/0.315	90.94
1:3	0.5/0.077	68.87
1:1	0.5/0.063	47.84
1:5	0.5/0.063	8.7 ^a

Fonte: Autor, 2021.

Notas: (a) Conversão sem catalisador (42 °C, 12 h).

Conforme mostrado na Tabela 4, a razão molar de 1:25 (DDOP / EtOH) produziu inicialmente a conversão de 93,64%. A diminuição gradual na razão molar de 1:20 a 1:5 não afetou significativamente a conversão do DDOP em biodiesel etílico, quando catalisado pelo sal Oxone®. No entanto, quando a reação foi realizada em proporções de 1:3 e 1:1 (DDOP/ EtOH), o rendimento diminuiu drasticamente, para cerca de 68,87% e 47,87%, respectivamente. A razão molar estequiométrica teórica da reação de esterificação é de 1:1 (óleo: álcool), mas na prática, para mover a reação em direção ao produto, a razão molar usada é maior do que a relação estequiométrica, essa observação também está presente em relatos de outros autores (NASCIMENTO *et al.*, 2011; LIMA *et al.*, 2019). Deve-se notar que a razão molar entre EtOH e óleo é um dos fatores mais significativos que influenciam o rendimento da reação, junto com o custo de produção. Nascimento *et al.*, (2011)

descreveram a produção de ésteres etílicos de DDOP em uma razão molar de até 1:60, a fim de atingir o rendimento máximo, em grande parte devido à alta viscosidade do material de partida, que dá origem à baixa transferência de massa do catalisador para a mistura livre de triglicerídeos e ácidos graxos.

A reação de esterificação relatada neste trabalho pode ocorrer espontaneamente, de modo que os testes foram realizados nas condições estudadas sem o catalisador e foi observado que a auto conversão não ultrapassou 8,7% (Tabela 4), o que mostra que o alto desempenho na taxa de reação é diretamente proporcional ao catalisador e às condições de reação.

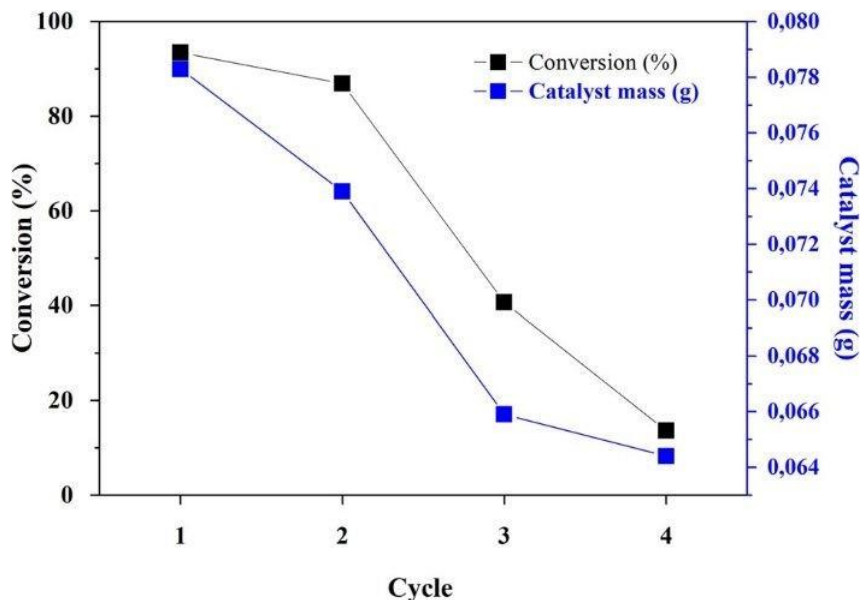
7.4 Reutilização do catalisador na reação

Uma das vantagens dos catalisadores heterogêneos em relação aos catalisadores homogêneos é a sua capacidade de recuperação para reutilização, contribuindo assim para a redução dos custos operacionais (BALAT, 2008). Nesse estudo, o potencial de reaproveitamento do sal Oxone® como um catalisador na reação de esterificação do DDOP foi investigado. A Figura 4 mostra os resultados de quatro ciclos de reação consecutivos sob condições otimizadas experimentalmente (12% de catalisador; razão molar de 1:5 a 42 °C por 12 h). Pode ser visto que no segundo ciclo de uso (primeiro reaproveitamento), a conversão permanece favorável para formação de ésteres, com cerca de 86,91%. Um resultado comparável foi obtido a partir de um catalisador mesoporoso funcionalizado com um grupo sulfônico (AM41–2H – O) para metanólise de DDOP, que poderia ser usado em dois ciclos (uma reutilização), mantendo 72% de conversão a 130 °C (LIMA *et al.*, 2019). No entanto, a partir do terceiro ciclo em diante, houve queda significativa na conversão do produto, para 40,68% e 20,5%, respectivamente para o terceiro e quarto ciclo de uso (segundo e terceiro reaproveitamento). Embora este catalisador tenha sido usado de uma forma heterogênea, sua recuperação pode ser facilmente realizada por meio de protocolos de reciclagem simples, conforme descrito em a seção Método Experimental. A perda na eficiência de conversão do catalisador pode estar relacionada a uma combinação de vários fatores, como o bloqueio dos sítios ativos com moléculas orgânicas do meio de reação; perda de massa durante as etapas de lavagem (estas foram acompanhadas por alguma perda de material catalisador; veja

a Figura 4); secagem do catalisador (visto que não foi adicionado mais Oxone®); e danos mecânicos devido à agitação durante a reação. Todos esses fatores podem levar à solubilização e desativação do catalisador (OLIVEIRA *et al.*, 2019a; 2019b; 2019c).

Essa hipótese foi confirmada por meio da massa de sal recuperada. No primeiro ciclo, a massa usada na reação foi de 0,0783 g (12% em relação à massa de DDOP), enquanto que no quarto ciclo de uso (terceira reutilização), a massa recuperada foi de 0,0544 g (8,3% em relação à massa de DDOP) (Figura 4). O sal Oxone® tem baixa solubilidade em etanol; no entanto, é favoravelmente solúvel em água (ZHENG; RICHARDSON, 1995). Em consideração a isso, um teste de heterogeneidade do sal Oxone® foi realizado para ajudar a esclarecer o perfil do catalisador. O catalisador foi submetido a condições de temperatura, agitação e recuperação semelhantes àqueles usados inicialmente, sem a presença de DDOP. O catalisador foi então recuperado por meio de centrifugação (4000 rpm por 5 min), o etanol foi removido e Oxone® foi seco por 4 horas (100 °C). O catalisador recuperado foi submetido ao processo de reação, sob idênticas condições, com a presença de DDOP como fonte de ácidos graxos. A taxa de conversão determinada neste processo foi de 54,73%, indicando que a massa de Oxone® em cada ciclo de reação consecutivo foi reduzido pelo processo de solubilidade parcial no meio de reação.

Figura 4-Análise do reuso de oxone® na reação de esterificação do DDOP.



Fonte: Autor, 2021.

7.5 Uso de oxone® com álcoois hidratados

Dado a constatação da solubilidade parcial do catalisador no álcool utilizado foi investigado se um acréscimo de água no meio poderia favorecer a interação do catalisador com os componentes da reação. O etanol P.A obteve uma taxa de conversão dos ácidos graxos em ésteres de 66% após as 5 horas. O álcool etílico a 70% e 80% também apresentaram um rendimento próximo a 60%. O resultado do etanol 90% foi de 76% de conversão, bem superior ao etanol P.A que teoricamente deveria ser o melhor resultado. As taxas de conversão podem ser visualizadas na Tabela 5.

Tabela 5: Conversão com diferentes concentrações de água no álcool.

Água(%)	Conversão(%)
Etanol P.A	66,59
Etanol 90	76,44
Etanol 80	69,06
Etanol 70	63,85

Fonte: Autor, 2021.

A concentração ideal de catalisador para o álcool 90% também foi investigada (Tabela 6).

Tabela 6: Otimização da concentração de cat. com etanol 90%.

Oxone®(%)	Conversão(%)
10	61,92
15	76,44
20	85,45

Fonte: Autor, 2021.

A razão molar entre os ácidos graxos e o álcool utilizado também foi investigada utilizando etanol 90% e 15 % de catalisador (Tabela 7).

Tabela 7: Otimização da razão molar com etanol 90%.

Razão molar	Conversão(%)
1:3	55,87
1:5	75,44
1:10	80,42

Fonte: Autor, 2021.

Com as condições de reação otimizadas o processo foi realizado com álcool etílico 90%, com 20% de catalisador e razão molar de 1:10 que obteve 90,85% de rendimento. O álcool etílico a 90% de água obteve uma taxa de conversão de ácidos graxos em ésteres superior ao etanol P.A que deveria apresentar o melhor desempenho. Uma evidencia que pode favorecer a hipótese levantada de que a solubilidade parcial de peroximonossulfato no meio pode facilitar sua interação com os reagentes facilitando sua atividade catalítica.

A reação catalisada por oxone® também foi satisfatória com as demais frações de álcool hidratado a 70% e 80%, considerando a redução significativa do tempo de reação anteriormente relatado. Após a otimização da concentração de catalisador e razão molar, obteve-se uma taxa de conversão de mais de 90% que é equiparável a reação relatada na literatura a 12 horas e com álcool etílico 99%. Por fim, foi novamente avaliada a capacidade de retenção e reuso do catalisador agora em um meio muito mais solúvel. Conforme observado na Tabela 8, a taxa de conversão e a massa recuperada decaíram bem mais a partir do segundo ciclo de reuso do o que anteriormente visto.

Tabela 8-Reuso de oxone® com etanol 90%.

Razão molar	Massa recuperada(g)	Conversão(%)
Reação	0,75	76,44
Reuso-1	0,639	51,72
Reuso-2	0,451	50,92

Fonte: Autor, 2022.

Por fim, foi avaliada a taxa de conversão da reação de esterificação dos

ácidos graxos que compõem o DDOP (Tabela 9), uma vez que as impurezas presentes no resíduo podem interferir na reação. Os melhores rendimentos foram observados para os ácidos láurico e mirístico que possuem as menores cadeias carbônicas.

Tabela 9-Taxa de conversão dos ácidos graxos do DDOP com etanol 90%.

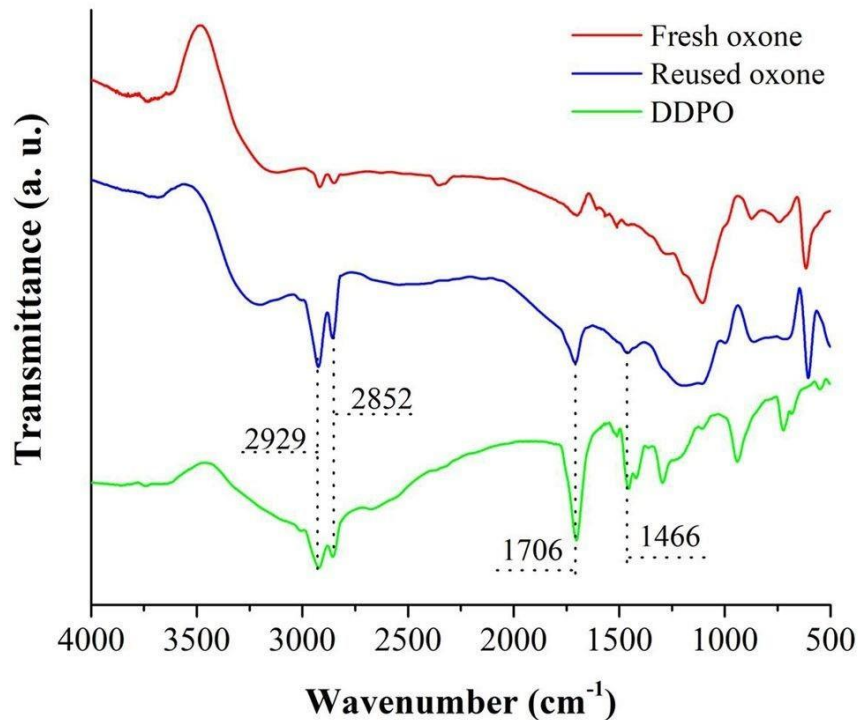
Ácido graxo	Conversão(%)
Palmítico(16C)	50,54
Mirístico(14C)	73,44
Esteárico(18C)	58,36
Oleico(18C)	54,73
Láurico(12C)	80,33

Fonte: Autor, 2022.

7.6 Análise de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

Por meio dos resultados obtidos na análise de infravermelho, foi possível comparar os espectros de Oxone® antes e depois da reação de esterificação do DDOP (Figura 5). Houve uma modificação na região de 3200 cm^{-1} que é característica do trecho OH, e faixas na região entre 2900 e 2800 cm^{-1} foram vistas. Estes são característicos dos grupos CH_3 e CH_2 e originados principalmente do DDOP e seus ésteres graxos (OLIVEIRA *et al.*, 2019). Houve picos em 1700 cm^{-1} e 1466 cm^{-1} , e estes podem ser atribuídos ao alongamento dos grupos carboxila e deformação assimétrica de CH_3 , respectivamente. Esses resultados mostraram claramente que a intensidade das bandas era atribuível à característica absorção de ésteres ou ácidos graxos e que houve adsorção substancial de espécies orgânicas na superfície do catalisador. Isso pode ter contribuído para a redução da atividade catalítica observada ao longo dos ciclos de reuso. Esta adsorção de matéria orgânica foi previamente observada em outros catalisadores de ácido sólido ancorados em suportes heterogêneos para reações de transesterificação ou esterificação(LIMA *et al.*, 2019; PIRES *et al.*, 2014; LACERDA *et al.*, 2013). Nesses experimentos, após dois ciclos sucessivos(uma reutilização), a conversão obtida diminuiu em cerca de 64% (LACERDA *et al.*, 2013).

Figura 5- Espectros FTIR Oxone® fresco, reutilizado e DDOP.



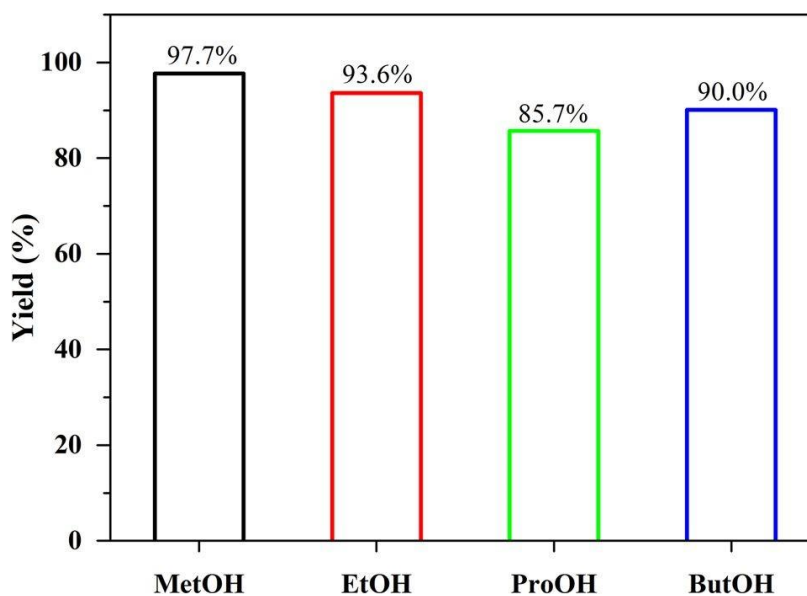
Fonte: Autor, 2021.

7.7 Obtenção de biodiesel com diferentes álcoois alquílicos.

As condições ótimas de reação para a produção de biodiesel a partir do DDOP foram determinadas como 12% de Oxone® a 42 °C por 12h de agitação por meio do design experimental. Para investigar melhor o protocolo de síntese, a produção de biodiesel usando outros álcoois alquílicos (metanol, isopropanol e butanol) foi investigada. Para todos os álcoois, o rendimento de conversão permaneceu > 85% (Figura 6). Como esperado, a maior taxa de conversão de biodiesel foi obtida na presença de metanol (97,7%), seguido por álcool etílico (93,6%). Metanol e etanol já haviam sido relatados para aumentar as taxas de reações de esterificação e transesterificação (ANTCZAK *et al.*, 2009). A conversão de DDOP para biodiesel usando álcool propílico ocorreu a uma taxa de 85,7%, e a taxa de conversão também foi boa com o uso de álcool butílico (90%). O resultado obtido está relacionado a nucleofilicidade do álcool, onde é sugerido que um maior número de átomos de carbono diminui a nucleofilicidade e a taxa de reação, bem como ao efeito estérico, visto que, como o comprimento da cadeia do álcool

aumenta, sua capacidade de se aproximar do catalisador torna-se mais difícil (NASCIMENTO *et al.*, 2011a; 2011b). Esses resultados mostram que o sal Oxone® tem boa afinidade catalítica para a reação de esterificação com diferentes álcoois alquílicos (metanol, etanol, isopropanol e n-butanol).

Figura 5-Taxas conversão (12%, 45 °C, 12 h), usando metanol, etanol, propanol e butanol.



Fonte: Autor, 2021.

No geral, o catalisador do presente estudo é comparável a outros catalisadores relatados na literatura. Foi observado que Oxone® mostrou desempenho catalítico comparável com o que foi verificado em outros estudos, conforme apresentado na Tabela-10. Os resultados obtidos no presente estudo seguem tendência semelhante aos dados da literatura, confirmando a eficácia do aproveitamento de resíduos industriais em catálise ácida para produção de ésteres.

7.8 Comparação com outros catalisadores

Os resultados alcançados com Oxone® são promissores não apenas em comparação com outros ácidos sólidos derivados de argilas cauliníticas (NASCIMENTO *et al.*, 2011a; 2011b), por exemplo, mas também em comparação com óxidos de metal (OLUTOYE *et al.*, 2014; WAN; HAMEED, 2014, 2015; EMBONG *et al.*, 2016), heteropoliácidos ancorados em diferentes suportes (OLIVEIRA *et al.*, 2019; PIRES *et al.*, 2014; CARVALHO *et al.*, 2017; KHAYOON;

HAMEED, *et al.*, 2013) e até mesmo ácidos homogêneos. Isto pode ser visto na Tabela 10 que 68%, 90% e 99,9% de conversão foram obtidos usando ácido sulfúrico como um catalisador (ARANDA *et al.*, 2008; CHABUKSWAR; HEER; GAIKAR, 2013). No entanto, embora a temperatura e a razão molar tenham sido minimizadas, as desvantagens do ácido sulfúrico na catálise homogênea são bem conhecidas. No caso do catalisador MF9S4, atinge altas conversões, mas requer uma grande proporção molar de reagentes, tempo de reação estendido e alta temperatura (NASCIMENTO *et al.*, 2011). Nos casos dos catalisadores HPW/MK700 25% (PIRES *et al.*, 2014), $\text{SO}_4^{2-} / \text{TiO}_2 - \text{SiO}_2$ (EMBONG *et al.*, 2016) e ZrFeTiO (BALAT; 2008), embora razões molares mais baixas (<1:12) tenham sido usadas entre os reagentes, altas temperaturas de reação (≥ 150 °C) foram necessárias para alcançar conversões consideravelmente altas que foram comparáveis aos obtidos com Oxone®.

Tabela-10: Exemplos de uso de catalisadores na esterificação de diferentes matérias-primas fontes de AGL em ésteres metílicos e etílicos.

Catalisador	AGLs	Álcool	Razão molar	Temperatura(°C)	Tempo(h)	Conversão(%)
BLMW	DDPO	Etanol	1:30	160	2	< 94
H ₂ SO ₄	Soapstock	Metano 	1:18	50	14	> 99
MF9S4	DDPO	Metano 	1:60	160	4	< 93
AM41-2H-O	DDPO	Metano 	1:30	130	2	98
HPW/MK700	DDPO	Etanol	1:10	200	2	83
MF8S4M4W1 5	Oleico	Metano 	1:60	115	2/3	< 97
Al-MCM- 41Si/Al = 8	Palmitico	Metano 	1:60	130	2	79
MF9S4	Oleico	Metano 	1:60	160	4	< 99
MP-S-16 (15)	CKO	Metano 	1:8	140	5	82
H ₂ SO ₄	DDOP	Metano 	1:3	130	1	90
H ₂ SO ₄	DDOP	Metano	1:4	60	3	68

H ₂ SO ₄	DDOP	Etanol	1:4	80	¼	< 98
ZrFeTiO	DDOP	Metano 	1:3	170	5	96
SO ²⁻ /TiO – SiO	DDOP	Metano 	1:6	150	3	93
Oxone®	DDOP	Etanol	1:5	42	12	> 90

Fonte: Autor, 2021.

Além de ser um oxidante suave, estável, não tóxico, eficaz e de baixo custo, Oxone® pode ser reutilizado. Conforme mostrado na Figura 4, a atividade catalítica diminuiu gradualmente após uso repetido. A conversão diminuiu de 93,65% para 87,20% na segunda execução (primeira reutilização), com uma redução total de menos de 7,0%. Mesmo assim, esses resultados ainda foram superiores à reação sem a presença de catalisador (18%), indicando que o sal pode ser usado pelo menos duas vezes com atividade acima de 87% na reação de esterificação do DDOP, nas melhores condições relatadas neste estudo. Um resultado comparável foi obtido através do uso de um catalisador mesoporoso funcionalizado com um grupo sulfônico (AM41-2H - O) para metanólise de DDOP, que poderia ser usado em dois ciclos (uma reutilização), mantendo 72% de conversão a 130 °C (LIMA *et al.*, 2019).

8. CONSIDERAÇÕES FINAIS

A aplicação catalítica do sal Oxone® foi usada no presente estudo para a reação de esterificação do DDOP para produção de biodiesel pela primeira vez. Um máximo de >90% de conversão foi alcançado a 42 °C usando uma razão molar DDOP:etanol de 1:5 ao longo de um tempo de reação de 12 h. A reutilização sucessiva do catalisador mostrou-se eficiente até o segundo ciclo, ocorrendo uma diminuição no rendimento do biodiesel quando o quarto ciclo foi alcançado. Esta diminuição na eficiência de conversão do catalisador pode estar relacionada a perda de massa durante as etapas de lavagem.

Os testes de solubilidade do catalisador evidenciaram que o decréscimo de sua atividade catalítica se deve em grande parte a sua solubilidade parcial do meio,

entretanto, essa característica se mostrou benéfica, uma vez que, permitiu sua aplicação na reação de esterificação com etanol 90 %, uma porcentagem maior de água no álcool permite a redução dos custos de produção do biodiesel.

Houve uma redução significativa no tempo de reação de 12 para 5 horas, O solvente com 90% de álcool e 10% de água obteve um rendimento comparável e até melhor do que o etanol P.A atingindo uma taxa de até 90 % de conversão dos ácidos graxos em ésteres a 20% de catalisador. Indicando que a solubilidade parcial do catalisador no meio pode melhorar sua interação com os componentes da reação e tornar mais efetiva a sua atividade catalítica. O processo também apresentou resultados satisfatórios com álcool etílico 70% e 80%. Os resultados obtidos neste estudo indicam que esterificação de DDOP usando Oxone® pode ser uma alternativa menos cara e promissora para produção de combustíveis sustentáveis. No entanto, mais estudos serão necessários para avaliar sua aplicabilidade em outros óleos para fins de biodiesel.

REFERÊNCIAS

- ABOIM J. B. *et al.* Determination of biodiesel properties based on a fatty acid profile of eight Amazon cyanobacterial strains grown in two different culture media. **RSC Advances**, [S.L.], v. 6, n. 111, p. 109751-109758, 2016. DOI: <https://doi.org/10.1039/C6RR23268J>. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2016/RA/C6RA23268J>. Acesso em: 05 Jun. 2020
- AGUIEIRAS, E. C. G.; SOUZA, S. L.; LANGONE, M. A. P. Estudo do comportamento da lipase comercial Lipozyme RM IM em reações de esterificação para obtenção de biodiesel. **Química Nova**, [S.L.], v. 36, n. 5, p. 646-650, 2013. DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/s0100-40422013000500006>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/qn/a/DckF6qTzjSQ7XN3ntqtZySr/?lang=pt>. Acesso em: 04 de Mar. 2020.
- AGUIEIRAS, E. C.G. *et al.* Influence of the raw material on the final properties of biodiesel produced using lipase from *Rhizomucor miehei* grown on babassu cake as biocatalyst of esterification reactions. **Renewable Energy**, [S.L.], v. 113, p. 112-118, 2017. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.renene.2017.05.090>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0960148117304846?via%3Dihub>. Acesso em: 22 Maio 2022.
- AKINFALABI, S. I. *et al.* Synthesis of biodiesel from palm fatty acid distillate using sulfonated palm seed cake catalyst. **Renewable Energy**, [S.L.], v. 111, p. 611-619, 2017. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.renene.2017.04.056>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0960148117303701>. Acesso em: 09 out. 2020.
- ALMEIDA, G. F. *et al.* Fatty acid ethyl esters from microalgae of *scenedesmus ecor-nis* by enzymatic and acid catalysis. **Química Nova**, [S.L.], p. 1-4, 2017. DOI: <http://dx.doi.org/10.21577/0100-4042.20170147>. Disponível em: <https://s3.sa-east-1.amazonaws.com/static.sites.s bq.org.br/quimicanova.s bq.org.br/pdf/AR20170104.pdf>. Acesso em: 02 de Abr. 2020.
- ALMEIDA, V. C. R. de. **OTIMIZAÇÃO DOS PARÂMETROS DE EXTRAÇÃO DO ÁCIDO OLEICO DE SEMENTES DA ESPÉCIE *Erythrina velutina* Willd ATRAVÉS DE DELINEAMENTO EXPERIMENTAL Box-Behnken**. 2022. 36 f. TCC (Graduação) - Curso de Farmácia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2022.
- ANDERSEN, F. *et al.* Optimal design and planning of biodiesel supply chain with land competition. **Computers & Chemical Engineering**, [S.L.], v. 47, p. 170-182, 2012. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compchemeng.2012.06.044>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0098135412002281?via%3Dihub>. Acesso em: 06 Abr. de 2020.

ANTCZAK, M. S. *et al.* Enzymatic biodiesel synthesis – Key factors affecting efficiency of the process. **Renewable Energy**, [S.L.], v. 34, n. 5, p. 1185-1194, 2009. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.renene.2008.11.013>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S096014810800431X?via%3Dihub>. Acesso em: 18 Jun. 2020.

ARANDA, D. A. G. *et al.* Acid-Catalyze homogeneous Esterification reaction for biodiesel production from palm fatty acids. **Catalysis Letters**, [S.L.], v. 122, n. 1-2, p. 20-25, 2007. DOI: <http://dx.doi.org/10.1007/s10562-007-9318-z>. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s10562-007-9318-z>. Acesso em: 02 de Jun. 2020.

BALAT, Mustafa; BALAT, Havva. A critical review of bio-diesel as a vehicular fuel. *Energy Conversion And Management*, [S.L.], v. 49, n. 10, p. 2727-2741, out. 2008. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.enconman.2008.03.016>. Disponível em : <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0960148117303701>. Acesso em:

BASTOS, R. R. C. *et al.* Optimization of biodiesel production using sulfonated carbon-based catalyst from an amazon agro-industrial waste. **Energy Conversion And Management**, [S.L.], v. 205, p. 112457, 2020. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.enconman.2019.112457>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0196890419314657?via%3Dihub>. Acesso em: 09 Set. 2020.

CARMO, Al. C. *et al.* Production of biodiesel by esterification of palmitic acid over mesoporous aluminosilicate Al-MCM-41. *Fuel*, [S.L.], v. 88, n. 3, p. 461-468, mar. 2009. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.fuel.2008.10.007>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S001623610800402X?via%3Dihub>. Acesso em: 14 Set. 2021.

CARVALHO, A. K. F. *et al.* Biodiesel production from *Mucor circinelloides* using ethanol and heteropolyacid in one and two-step transesterification. **Fuel**, [S.L.], v. 202, p. 503-511, 2017. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.fuel.2017.04.063>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0016236117304799?via%3Dihub>. Acesso em: 23 Jul. 2022.

CHABUKSWAR, D. D.; HEER, P. K. K. S.; GAIKAR, V. G. Esterification of Palm Fatty Acid Distillate Using Heterogeneous Sulfonated Microcrystalline Cellulose Catalyst and Its Comparison with H₂SO₄ Catalyzed Reaction. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, [S.L.], v. 52, n. 22, p. 7316-7326, 2013. DOI: <http://dx.doi.org/10.1021/ie303089u>. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/ie303089u>. Acesso em: 23 Maio 2022.

COMPARINI, A. *et al.* Metodologia de superfície de resposta: uma introdução nos softwares re statistica. **São Carlos**, v. 1001, p. 14, 2009.

CONCEIÇÃO, L. R. V. *et al.* Obtaining and characterization of biodiesel from jupati (*Raphia taedigera* Mart.) oil. **Fuel**, [S.L.], v. 90, n. 9, p. 2945-2949, 2011. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.fuel.2011.04.019>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0016236111002262>. Acesso em: 26 Set. 2021.

CORREA, A. P. L. *et al.* Preparation of sulfonated carbon-based catalysts from murumuru kernel shell and their performance in the esterification reaction. **Rsc Advances**, [S.L.], v. 10, n. 34, p. 20245-20256, 2020. DOI: <http://dx.doi.org/10.1039/d0ra03217d>. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2020/RA/D0RA03217D>. Acesso em: 03 maio 2022.

CORREA, I. N. S. *et al.* Enzymatic Biodiesel Synthesis Using a Byproduct Obtained from Palm Oil Refining. **Enzyme Research**, [S.L.], v. 2011, p. 1-8, 2011. DOI: <http://dx.doi.org/10.4061/2011/814507>. Disponível em: <https://www.hindawi.com/journals/er/2011/814507/>. Acesso em: 30 Jan. 2021.

EMBONG, N. H. *et al.* Utilization of palm fatty acid distillate in methyl esters preparation using: math xmlns. *Journal Of Cleaner Production*, [S.L.], v. 116, p. 244-248, 2016. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2015.12.108>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0959652615019332?via%3Dihub>. Acesso em: 30 Ago. 2021.

FERNANDES, K. V. *et al.* Enzymatic esterification of palm fatty-acid distillate for the production of polyol esters with biolubricant properties. **Industrial Crops And Products**, [S.L.], v. 116, p. 90-96, jun. 2018. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.02.058>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0926669018301717?via%3Dihub>. Acesso em: 18 Jun. 2022.

FERREIRA, I. M. *et al.* Ethylic Biodiesel Production Using Lipase Immobilized in Silk Fibroin-Alginate Spheres by Encapsulation. **Catalysis Letters**, [S.L.], v. 147, n. 1, p. 269-280, 2016. DOI: <http://dx.doi.org/10.1007/s10562-016-1917-0>. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s10562-016-1917-0>. Acesso em: 25 Out. 2022.

FERREIRA, S. C. G.; AZEVEDO-RAMOS, C. A sustentabilidade na cadeia produtiva de óleo de palma no Brasil: o caso da agropalma. **Papers do Naea**, [S.L.], v. 29, n. 1, p. 42-55, 2020. DOI: <http://dx.doi.org/10.18542/papersnaea.v29i1.8792>. Disponível em: <https://periodicos.ufpa.br/index.php/pnaea/article/view/8792>.

GHASEMI, E.; RAOFIE, F.; NAJAFI, Nahid Mashkouri. Application of response surface methodology and central composite design for the optimisation of supercritical fluid extraction of essential oils from *Myrtus communis* L. leaves. **Food Chemistry**, [S.L.], v. 126, n. 3, p. 1449-1453, 2011. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.11.135>. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0308814610015542?via%3Dihub>. Acesso em: 08 Jul. 2022.

HAALAND, P. D. **Experimental Design in Biotechnology**. 1 ed. Boca Raton: Crc Press, 1989.

HOLANDA, F. H. *et al.* Study of biodegradation of chloramphenicol by endophytic fungi isolated from *Bertholletia excelsa* (Brazil nuts). **Biocatalysis And Agricultural Biotechnology**, [S.L.], v. 20, p. 101200, 2019. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.bcab.2019.101200>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1878818119303226?via%3Dihub>. Acesso em: 29 Jan. 2022.

HOU, F.; WANG, X.; QUAN, Z. Efficient synthesis of esters through oxone-catalyzed dehydrogenation of carboxylic acids and alcohols. **Organic & Biomolecular Chemistry**, [S.L.], v. 16, n. 48, p. 9472-9476, 2018. DOI: <http://dx.doi.org/10.1039/c8ob02539h>. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2018/OB/C8OB02539H>. Acesso em: 20 de Ago. 2022.

JORDANOV, D. I. *et al.* Biodiesel production by sunflower oil transesterification. **Oxidation Communications**, v. 30, n. 2, p. 300-305, 2007. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/275338298_Biodiesel_production_by_sunflower_oil_transesterification. Acesso em: 22 Marc. 2020.

JÚNIOR, E. B. M. *et al.* Immobilization of Amano AK Lipase from *Pseudomonas fluorescens* on Novel Silk Microfiber using Oxone®: parameter optimization for enzymatic assays and use in esterification of residual palm oil. **Current Catalysis**, [S.L.], v. 10, n. 2, p. 119-129, 2021. DOI: <http://dx.doi.org/10.2174/2211544710666210401111704>. Disponível em: <https://www.eurekaselect.com/article/115137>. Acesso em: 15 maio 2022.

JÚNIOR, E. *et al.* Immobilization of Amano AK lipase from *Pseudomonas fluorescens* on novel silk microfiber using Oxone®: parameter optimization for enzymatic assays and use in esterification of residual palm oil. **Current Catalysis**, v. 10, n. 2, p. 119-129, 2021. DOI: <https://doi.org/10.2174/2211544710666210401111704>. Disponível em: <https://www.ingentaconnect.com/content/ben/ccat/2021/00000010/00000002/art00005>. Acesso em: 30 Set. 2022.

JUNIOR, O. S. L. *et al.* Esterification of oleic acid using 12-tungstophosphoric supported in flint kaolin of the Amazonia. **Fuel**, [S.L.], v. 108, p. 604-611, 2013. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.fuel.2013.01.008>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0016236113000161?via%3Dihub>. Acesso em: 22 Set. 2022.

KANJAIKAEW, U. *et al.* Two-step esterification of palm fatty acid distillate in ethyl ester production: Optimization and sensitivity analysis. **Renewable Energy**, v. 119, p. 336-344, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.renene.2017.12.002>. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0960148117311989?via%3Dihub>. Acesso em: 25 Ago. de 2022.

KAPOR, N. Z. A. *et al.* Palm fatty acid distillate as a potential source for biodiesel production-a review. **Journal Of Cleaner Production**, [S.L.], v. 143, p. 1-9, 2017. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.12.163>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0959652616322272?via%3Dihub>. Acesso em: 30 de Jun. de 2020.

KAPOR, N. Z. A. *et al.* Palm fatty acid distillate as a potential source for biodiesel production-a review. **Journal Of Cleaner Production**, [S.L.], v. 143, p. 1-9, 2017. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.12.163>. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0959652616322272>. Acesso em: 13 maio 2022. Acesso em: 9 Fev. 2022.

KHAYOON, M. S.; HAMEED, B. H. Single-step esterification of crude karanj (*Pongamia pinnata*) oil to fatty acid methyl esters over mesostructured SBA-16 supported 12-molybdophosphoric acid catalyst. **Fuel processing technology**, v. 114, p. 12-20, 2013. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2013.03.014>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0378382013001185>.

LIMA, E. T. L. *et al.* Valorization of Mining Waste in the Synthesis of Organofunctionalized Aluminosilicates for the Esterification of Waste from Palm Oil Deodorization. **Acs Sustainable Chemistry & Engineering**, [S.L.], v. 7, n. 8, p. 7543-7551, 2019. DOI: <http://dx.doi.org/10.1021/acssuschemeng.8b05484>. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acssuschemeng.8b05484>. Acesso em: 30 de Abr. 2020.

LIMA, R. P. *et al.* Murumuru (*Astrocaryum murumuru* Mart.) butter and oils of buriti (*Mauritia flexuosa* Mart.) and pracaxi (*Pentaclethra macroloba* (Willd.) Kuntze) can be used for biodiesel production: Physico-chemical properties and thermal and kinetic studies. **Industrial crops and products**, v. 97, p. 536-544, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.12.052>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0926669016308822>. Acesso em: 30 Dez. 2020.

LOKMAN, I. M.; RASHID, U.; TAUFIQ-YAP, Y. H. *et al.* Meso- and macroporous sulfonated starch solid acid catalyst for esterification of palm fatty acid distillate. **Ara-bian Journal Of Chemistry**, [S.L.], v. 9, n. 2, p. 179-189, 2016. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.arabjc.2015.06.034>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1878535215002063?via%3Dihub>. Acesso em: 15 maio 2022

MARTENDAL, E. *et al.* **APLICAÇÃO DE PLANEJAMENTO FATORIAL FRACIONÁRIO E BOXBEHNKEN PARA OTIMIZAÇÃO DE EXTRAÇÃO COM MICROGOTA PARA DETERMINAÇÃO DE TRICLOROANISOL E TRIBROMOANISOL DE AMOSTRAS DE VINHO POR CROMATOGRÁFIA A**

GÁS. 2007. 38 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Química, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2007.

MIRZA-AGHAYAN, M. *et al.* Ultrasound assisted direct oxidative esterification of aldehydes and alcohols using graphite oxide and Oxone. **Ultrasonics sonochemistry**, v. 22, p. 359-364, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2014.05.012>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1350417714001710>. Acesso em: 30 Jun. 2020.

MUSA, I. A. The effects of alcohol to oil molar ratios and the type of alcohol on biodiesel production using transesterification process. **Egyptian Journal Of Petroleum**, [S.L.], v. 25, n. 1, p. 21-31, 2016. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ejpe.2015.06.007>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1110062115000914?via%3Dihub>. Acesso em: 25 Mar. 2022.

MYERS, R. H.; MONTGOMERY, D. C.; ANDERSON-COOK, C. M. **Response surface methodology: process and product optimization using designed experiments**. John Wiley & Sons, 2016.

NASCIMENTO, L. A. S *et al.* Valorization of wastes for biodiesel production: the Brazilian case. *In: Biofuels-Challenges and opportunities*(org.). IntechOpen, 2018. p. 21.

NASCIMENTO, L. A. S. do *et al.* Comparative study between catalysts for esterification prepared from kaolins. **Applied Clay Science**, [S.L.], v. 51, n. 3, p. 267-273, 2011. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.clay.2010.11.030>. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0169131710004126>. Acesso em: 21 Fev. 2022.

NASCIMENTO, L. A. S. do *et al.* Esterification of oleic acid over solid acid catalysts prepared from Amazon flint kaolin. **Applied Catalysis B: Environmental**, [S.L.], v. 101, n. 3-4, p. 495-503, 2011. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.apcatb.2010.10.021>. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0926337310004686>. Acesso em: 4 Set. 2021.

NASCIMENTO, L. A. S. *et al.* Conversion of waste produced by the deodorization of palm oil as feedstock for the production of biodiesel using a catalyst prepared from waste material. **Bioresource Technology**, [S.L.], v. 102, n. 17, p. 8314-8317, set. 2011. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2011.06.004>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0960852411008078?via%3Dihub>. Acesso em: 05 maio 2022.

OLIVEIRA, A. N. *et al.* Acetylation of eugenol on functionalized mesoporous aluminosilicates synthesized from Amazonian flint kaolin. **Catalysts**, v. 10, n. 5, p. 478, 2020. DOI: <https://doi.org/10.3390/catal10050478>. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2073-4344/10/5/478>. Acesso em: 30 Nov. 2022.

OLIVEIRA, A. N. *et al.* Acetylation of Eugenol over 12-Molybdophosphoric Acid Anchored in Mesoporous Silicate Support Synthesized from Flint Kaolin. **Materials**, [S.L.], v. 12, n. 18, p. 2995, 2019. DOI: <http://dx.doi.org/10.3390/ma12182995>. Disponível em: <https://www.mdpi.com/1996-1944/12/18/2995>. Acesso em: 24 Out. 2022.

OLIVEIRA, A. N. *et al.* Bentonites Modified with Phosphomolybdic Heteropolyacid (HPMo) for Biowaste to Biofuel Production. **Materials**, [S.L.], v. 12, n. 9, p. 1431, 2019. DOI: <http://dx.doi.org/10.3390/ma12091431>. Disponível em: <https://www.mdpi.com/1996-1944/12/9/1431>. Acesso em: 13 Abr. 2022.

OLIVEIRA, A. N. *et al.* Efficient esterification of eugenol using a microwave-activated waste kaolin. **Reaction Kinetics, Mechanisms And Catalysis**, [S.L.], v. 130, n. 2, p. 633-653, 2020. DOI: <http://dx.doi.org/10.1007/s11144-020-01797-6>. Disponível em: <https://www.mdpi.com/1996-1944/12/9/1431>. Acesso em: 5 Jan. 2022.

OLIVEIRA, A. N. *et al.* Microwave-assisted preparation of a new esterification catalyst from wasted flint kaolin. **Fuel**, [S.L.], v. 103, p. 626-631, 2013. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.fuel.2012.07.017>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0016236112005662?via%3Dihub>. Acesso em: 13 Jan. 2022.

OLIVEIRA, D. T. *et al.* Lipid profile analysis of three new Amazonian cyanobacteria as potential sources of biodiesel. **Fuel**, v. 234, p. 785-788, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2018.07.080>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0016236118312791>. Acesso em: 04 Out. 2022.

OLUTOYE, M. A. *et al.* Synthesis of FAME from the methanolysis of palm fatty acid distillate using highly active solid oxide acid catalyst. **Fuel Processing Technology**, [S.L.], v. 124, p. 54-60, 2014. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.fuproc.2014.02.013>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0378382014000745?via%3Dihub>. Acesso em: 22 Jul. 2022.

PALADINO, O.; NEVIANI, M. A closed loop biowaste to biofuel integrated process fed with waste frying oil, organic waste and algal biomass: feasibility at pilot scale. **Renewable Energy**, [S.L.], v. 124, p. 61-74, ago. 2018. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.renene.2017.08.027>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0960148117307814?via%3Dihub>. Acesso em: 25 Mar. 2022.

PANTOJA, S. S. *et al.* High-Quality Biodiesel Production from Buriti (*Mauritia flexuosa*) Oil Soapstock. **Molecules**, [S.L.], v. 24, n. 1, p. 94, 28 dez. 2018. DOI: <http://dx.doi.org/10.3390/molecules24010094>. Disponível em: <https://www.mdpi.com/1420-3049/24/1/94>. Acesso em: 03 maio 2022.

PANTOJA, S. S. *et al.* Oxidative stability of biodiesels produced from vegetable oils having different degrees of unsaturation. **Energy Conversion and Management**, v. 74, p. 293-298, 2013. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2013.05.025>.

Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0196890413002859>. Acesso em: 24 Jul. 2022.

PASCOAL, C.V.P. *et al.* Optimization and kinetic study of ultrasonic-mediated in situ transesterification for biodiesel production from the almonds of *Syagrus cearensis*.

Renewable Energy, [S.L.], v. 147, p. 1815-1824, 2020. DOI:

<http://dx.doi.org/10.1016/j.renene.2019.09.122>. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0960148119314648?via%3Dihub>. Acesso em: 22 Jul. 2021.

PEREIRA, G. G. *et al.* Soybean and soybean/beef-tallow biodiesel: A comparative study on oxidative degradation during long-term storage. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, v. 94, p. 587-593, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11746-017-2962-6>. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11746-017-2962-6>. Acesso em: 15 Out. 2022.

PEREIRA, R. G. *et al.* Sustainability and mitigation of greenhouse gases using ethyl beef tallow biodiesel in energy generation. **Journal of Cleaner Production**, v. 29, p. 269-276, 2012. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2012.01.007>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0959652612000108>. Acesso em: 30 Nov. 2022.

PERIN, G. *et al.* Selenomethoxylation of Alkenes Promoted by Oxone®. **European Journal Of Organic Chemistry**, [S.L.], v. 2018, n. 10, p. 1224-1229, 2018. DOI: <http://dx.doi.org/10.1002/ejoc.201701775>. Disponível em: <https://chemistry-europe.onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/ejoc.201701775>. Acesso em: 15 Maio 2022.

PIRES, L. H.O. *et al.* Esterification of a waste produced from the palm oil industry over 12-tungstophosphoric acid supported on kaolin waste and mesoporous materials. **Applied Catalysis B: Environmental**, [S.L.], v. 160-161, p. 122-128, 2014. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.apcatb.2014.04.039>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0926337314002653?via%3Dihub>. Acesso em: 02 maio 2022.

SALES, E. A.; GHIRARDI, M. L.; JORQUERA, O. Subcritical ethylic biodiesel production from wet animal fat and vegetable oils: A net energy ratio analysis. **Energy Conversion and Management**, v. 141, p. 216-223, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2016.08.015>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0196890416306872>. Acesso em: 30 Out. 2022.

TAMBORINI, L. H. *et al.* Application of sulfonated nanoporous carbons as acid catalysts for Fischer esterification reactions. **Arabian Journal Of Chemistry**, [S.L.], v.

12, n. 8, p. 3172-3182, 2019. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.arabjc.2015.08.018>.

Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1878535215002580?via%3Dihub>.

Acesso em: 15 Nov. 2022.

VERNIER, L. J. **PRODUÇÃO CONTÍNUA DE ÉSTERES METÁLICOS DE ÁCIDOS GRAXOS A PARTIR DO DESTILADO DA DESODORIZAÇÃO DO ÓLEO DE SOJA E ACETATO DE METILA EM CONDIÇÕES SUPERCRÍTICAS**. 2021. 1 v.

Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2021.

WAN, Z.; HAMEED, B. H. Chromium–tungsten–titanium mixed oxides solid catalyst for fatty acid methyl ester synthesis from palm fatty acid distillate. **Energy Conversion And Management**, [S.L.], v. 88, p. 669-676, 2014. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.enconman.2014.09.010>. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0196890414008024?via%3Dihub>. Acesso em: 30 Ago. 2022.

WAN, Z.; LIM, J. K.; HAMEED, B.H. Chromium–tungsten heterogeneous catalyst for esterification of palm fatty acid distillate to fatty acid methyl ester. **Journal Of The Taiwan Institute Of Chemical Engineers**, [S.L.], v. 54, p. 64-70, 2015. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jtice.2015.03.020>. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S187610701500111X?via%3Dihub>. Acesso em: 24 Jul. 2022.

ZAIDI, A. *et al.* Esterification of fatty acids using nylon-immobilized lipase in n-hexane: kinetic parameters and chain-length effects. **Journal Of Biotechnology**, [S.L.], v. 93, n. 3, p. 209-216, 2002. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/s0168-1656\(01\)00401-1](http://dx.doi.org/10.1016/s0168-1656(01)00401-1). Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0168165601004011?via%3Dihub>. Acesso em: 29 de Jun. 2020.

ZHENG, T.; RICHARDSON, D. E. Homogeneous aqueous oxidation of organic molecules by Oxone® and catalysis by a water-soluble manganese porphyrin complex. **Tetrahedron Letters**, [S.L.], v. 36, n. 6, p. 833-836, 1995. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/0040-4039\(94\)02420-g](http://dx.doi.org/10.1016/0040-4039(94)02420-g). Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/004040399402420G?via%3Dihub>. Acesso em: 15 Mar. 2022.

ANEXOS

PROPOSTA DE ENSINO: Produção de Biodiesel com óleo reutilizado para o ensino de química.

Samuel Q. Lopes

INTRODUÇÃO

É comum na maioria das escolas, o ensino de química no qual o discente participa de forma passiva, como um mero ouvinte sem questionamentos e objeções. Existe uma dificuldade ou falta de interesse em propor metodologias alternativas. Essa metodologia não consegue atrair a atenção dos alunos e nem ensinar de forma eficiente, já que é feita de forma unilateral pelo educador e não explora as dúvidas e questionamentos dos alunos (GUIMARÃES, 2009). Os discentes tendem a questionar a necessidade de aprender tal conteúdo e a presença dele em sua realidade. Este modelo de ensino não é capaz de formar estudantes com senso crítico a respeito dos fenômenos a sua volta já que é feito de modo passivo e sem relação com o seu cotidiano (BRASIL, 1999).

A prática de experimentação é de fundamental importância para o ensino de química e pode auxiliar o educador a fugir dos moldes tradicionais. Pode ser utilizada para exploração de problemas reais que permitam a contextualização e o estímulo de questionamentos de investigação. Entretanto, conforme alerta Guimarães (2009) dever haver um cuidado ao se trabalhar as atividades experimentais, estas não devem ser apenas para “comprovar as teorias” ou por pura observação. A experimentação deve ter caráter investigativo e os discentes devem ser devidamente orientados.

Segundo Guimarães (2009), para que a aprendizagem seja significativa deve haver uma relação entre os conhecimentos prévios do aluno e os conteúdos ensinados. Dessa forma, a utilização de temáticas pode contribuir para uma aprendizagem mais significativa, pois, permite o desenvolvimento dos conteúdos de

química tomando como base situações presentes no cotidiano dos discentes (BRAIBANTE e PAZZINATO, 2014).

Nesse sentido, as oficinas temáticas podem ser ferramentas úteis para tratar os conhecimentos de forma inter-relacionada e contextualizada. A fim de levar os alunos a participarem de um processo ativo de construção do seu próprio conhecimento. As oficinas temáticas podem ser consideradas como um local de trabalho onde os alunos são colocados frente a uma questão problema e tem de pensar e agir para encontrar soluções (MARCONDES, 2008).

Oficinas temáticas caracterizam-se por desenvolver conteúdos advindos de temas que retratam os saberes tecnológicos, científicos e tradicionais que contribuíram e contribuem para o desenvolvimento do ser humano, refletindo no comportamento e no modo de vida de diversas sociedades, tornando o ensino mais interessante para os alunos devido a relação entre conteúdos e contexto social (LIMA, *et al.*, 2012). Nessa perspectiva as oficinas temáticas voltadas para o ensino de química são desenvolvidas através de experimentos ou práticas, planejadas com o objetivo de provocar a curiosidade e questionamentos sobre conceitos químicos abordados com aplicações no cotidiano.

A temática da produção de biodiesel foi escolhida por se tratar de um tema bastante relevante e atual no qual é possível trabalhar diversos conceitos de química. Também permite um tratamento interdisciplinar já que se relaciona com a responsabilidade socioambiental já que o consumo de combustíveis fósseis emite gases poluentes que contribuem para o efeito estufa. Explorar tais questões interdisciplinares é fundamental uma vez que cabe a escola aproximar a ciência do contexto dos estudantes, para que os mesmos adquiram uma formação cidadã (SANTOS; SCHNETZLER, 2000).

OBJETIVOS

- Geral: explorar conceitos químicos a partir da produção de Biodiesel.

Específicos

- Discutir os impactos ambientais do consumo de combustíveis fósseis;
- conscientizar os discentes sobre a importância de minimizar os impactos sociais e ambientais do avanço tecnológico.

COMPETÊNCIAS E HABILIDADES

Várias competências podem ser desenvolvidas dentro da proposta a ser aplicada, uma das competências que melhor representa os objetivos da oficina é: Analisar fenômenos naturais e processos tecnológicos, com base nas interações e relações entre matéria e energia, para propor ações individuais e coletivas que aperfeiçoem processos produtivos, minimizem impactos socioambientais e melhorem as condições de vida em âmbito local, regional e global. Como habilidade, avaliar os benefícios e os riscos à saúde e ao ambiente, considerando a composição, a toxicidade e a reatividade de diferentes materiais e produtos, como também o nível de exposição a eles, posicionando-se criticamente e propondo soluções individuais e/ou coletivas para seus usos e descartes responsáveis (EM13CNT104).

METODOLOGIA DA OFICINA

Primeiro momento:

O primeiro momento será desenvolvido com questões iniciais para incentivar o interesse e a evocação de ideias a partir do conteúdo proposto aos alunos. O ponto principal desse momento é chamar a atenção do educando para aquisição de novos conhecimentos. As questões propostas serão as seguintes: Você já ouviu falar de combustíveis fósseis? O que são combustíveis? O que é biodiesel? Sabem da onde vem o diesel, a gasolina? O que é o petróleo? Será que teremos petróleo para sempre? Sabem como a química pode ser aplicada na produção de combustíveis? Sabem como o consumo de combustíveis fósseis afeta nosso planeta?

Segundo momento

No segundo momento, será disponibilizado aos alunos conceitos necessários para a compreensão do conteúdo, apresentando questões iniciais da problematização feita anteriormente. Essa parte será feita por meio de slides em uma aula expositiva dialogada expondo conceitos como: combustíveis renováveis, combustíveis fósseis, petróleo e suas origens, efeito estufa e aquecimento global, biodiesel e reações químicas utilizadas para produzi-lo.

Terceiro momento:

Logo após, será realizada uma atividade experimental roteirizada com os alunos da no laboratório da escola, eles desenvolverão coletivamente a atividade, a turma será dividida em 5(cinco) grupos. O material para a prática experimental será disponibilizado pelos organizadores da oficina, bem como o roteiro e o procedimento a ser seguido. Nessa prática, terão contato com diversos matérias-primas que podem ser utilizadas para produção de biodiesel e também os catalisadores mais comuns utilizados no processo. Em seguida, dar-se a produção de biodiesel que pode ser feita reaproveitando óleo de fritura trazido pelos próprios alunos. Ao realizar a prática utilizarão como matéria-prima para produção de biodiesel um material presente em suas residências que normalmente é descartado e polui o meio ambiente.

A parte experimental será realizada na eletiva da escola em dois momentos, um para início da reação e o outro momento na semana seguinte para separação das fases formadas no biodiesel e observação do produto final. Nessa última etapa, será explicado o mecanismo da reação utilizada que deu origem ao biocombustível.

No final dessa prática, serão aplicados questionários de conhecimento pós oficina com diferentes perguntas, envolvendo os principais pontos da oficina com relação a conscientização ambiental. As respostas dos questionários servirão para avaliar a aprendizagem dos discentes em relação a proposta utilizada.

RESULTADOS ESPERADOS

Esperar-se fortalecer o processo de ensino-aprendizagem dos alunos após a aplicação da oficina, usando o tema gerador “biodiesel” para uma ampla discussão a respeito de conceitos químicos, ambientais, sociais e políticos presentes na indústria de produção de biocombustíveis, também se espera promover uma melhor compreensão sobre a importância da química na sociedade e suas contribuições para o desenvolvimento tecnológico formando cidadãos conscientes da importância do conhecimento científico.

REFERÊNCIAS

LIMA, M. J. S. *et al.* O uso de oficinas temáticas como ferramenta auxiliadora no ensino de química.

BRAIBANTE, M. E. F.; PAZINATO, M. S. **O ensino de Química através de temáticas**: contribuições do LAEQUI para a área. *Ciência e Natura*, v. 36, Ed. Especial II, p. 819- 816, 2014.

GUIMARÃES, C. C.; Experimentação no Ensino de Química: Caminhos e Descaminhos Rumo à Aprendizagem Significativa. **QUÍMICA NOVA NA ESCOLA**, Vol. 31, N° 3, 2009.

MARCONDES, M. E. R. Proposições metodológicas para o ensino de química: oficinas temáticas para a aprendizagem da ciência e o desenvolvimento da cidadania. **Revista em Extensão**, Uberlândia, Vol. 7, 2008, p. 67–77.

SANTOS, W. L. P.; SCHNETZLER, R. P. Função social: o que significa ensino de química para formar o cidadão? *Química Nova na Escola*. São Paulo, n.4, p.28-34, nov., 1996.