

The background features a blue-to-white gradient with faint white chemical structures (molecules and rings) scattered across the top. In the lower half, a glass dropper with a red liquid inside is positioned above several test tubes, with a single drop of red liquid about to fall into one of them. The lighting is soft, creating a professional and scientific atmosphere.

O papel fundamental da

QUÍMICA entre as CIÊNCIAS NATURAIS 2

Cleiseano Emanuel da Silva Paniagua
(Organizador)



O papel fundamental da

QUÍMICA entre as CIÊNCIAS NATURAIS 2

Cleiseano Emanuel da Silva Paniagua
(Organizador)



Atena
Editora
Ano 2022

Editora chefe

Profª Drª Antonella Carvalho de Oliveira

Editora executiva

Natalia Oliveira

Assistente editorial

Flávia Roberta Barão

Bibliotecária

Janaina Ramos

Projeto gráfico

Bruno Oliveira

Camila Alves de Cremo

Daphynny Pamplona

Gabriel Motomu Teshima

Luiza Alves Batista

Natália Sandrini de Azevedo

Imagens da capa

iStock

Edição de arte

Luiza Alves Batista

2022 by Atena Editora

Copyright © Atena Editora

Copyright do texto © 2022 Os autores

Copyright da edição © 2022 Atena Editora

Direitos para esta edição cedidos à Atena Editora pelos autores.

Open access publication by Atena Editora



Todo o conteúdo deste livro está licenciado sob uma Licença de Atribuição Creative Commons. Atribuição-Não-Comercial-Não-Derivativos 4.0 Internacional (CC BY-NC-ND 4.0).

O conteúdo dos artigos e seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de responsabilidade exclusiva dos autores, inclusive não representam necessariamente a posição oficial da Atena Editora. Permitido o *download* da obra e o compartilhamento desde que sejam atribuídos créditos aos autores, mas sem a possibilidade de alterá-la de nenhuma forma ou utilizá-la para fins comerciais.

Todos os manuscritos foram previamente submetidos à avaliação cega pelos pares, membros do Conselho Editorial desta Editora, tendo sido aprovados para a publicação com base em critérios de neutralidade e imparcialidade acadêmica.

A Atena Editora é comprometida em garantir a integridade editorial em todas as etapas do processo de publicação, evitando plágio, dados ou resultados fraudulentos e impedindo que interesses financeiros comprometam os padrões éticos da publicação. Situações suspeitas de má conduta científica serão investigadas sob o mais alto padrão de rigor acadêmico e ético.

Conselho Editorial**Ciências Exatas e da Terra e Engenharias**

Prof. Dr. Adélio Alcino Sampaio Castro Machado – Universidade do Porto

Profª Drª Alana Maria Cerqueira de Oliveira – Instituto Federal do Acre

Profª Drª Ana Grasielle Dionísio Corrêa – Universidade Presbiteriana Mackenzie

Profª Drª Ana Paula Florêncio Aires – Universidade de Trás-os-Montes e Alto Douro

Prof. Dr. Carlos Eduardo Sanches de Andrade – Universidade Federal de Goiás

Profª Drª Carmen Lúcia Voigt – Universidade Norte do Paraná



Prof. Dr. Cleiseano Emanuel da Silva Paniagua – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás
Prof. Dr. Douglas Gonçalves da Silva – Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia
Prof. Dr. Eloi Rufato Junior – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Profª Drª Érica de Melo Azevedo – Instituto Federal do Rio de Janeiro
Prof. Dr. Fabrício Menezes Ramos – Instituto Federal do Pará
Profª Dra. Jéssica Verger Nardeli – Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho
Prof. Dr. Juliano Bitencourt Campos – Universidade do Extremo Sul Catarinense
Prof. Dr. Juliano Carlo Rufino de Freitas – Universidade Federal de Campina Grande
Profª Drª Luciana do Nascimento Mendes – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte
Prof. Dr. Marcelo Marques – Universidade Estadual de Maringá
Prof. Dr. Marco Aurélio Kistemann Junior – Universidade Federal de Juiz de Fora
Prof. Dr. Miguel Adriano Inácio – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais
Profª Drª Neiva Maria de Almeida – Universidade Federal da Paraíba
Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte
Profª Drª Priscila Tessmer Scaglioni – Universidade Federal de Pelotas
Prof. Dr. Sidney Gonçalo de Lima – Universidade Federal do Piauí
Prof. Dr. Takeshy Tachizawa – Faculdade de Campo Limpo Paulista



O papel fundamental da química entre as ciências naturais 2

Diagramação: Daphynny Pamplona
Correção: Maiara Ferreira
Indexação: Amanda Kelly da Costa Veiga
Revisão: Os autores
Organizador: Cleiseano Emanuel da Silva Paniagua

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

P214 O papel fundamental da química entre as ciências naturais
2 / Organizador Cleiseano Emanuel da Silva Paniagua.
- Ponta Grossa - PR: Atena, 2022.

Formato: PDF

Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader

Modo de acesso: World Wide Web

Inclui bibliografia

ISBN 978-65-258-0027-1

DOI: <https://doi.org/10.22533/at.ed.271220604>

1. Química. I. Paniagua, Cleiseano Emanuel da Silva
(Organizador). II. Título.

CDD 540

Elaborado por Bibliotecária Janaina Ramos - CRB-8/9166

Atena Editora

Ponta Grossa - Paraná - Brasil

Telefone: +55 (42) 3323-5493

www.atenaeditora.com.br

contato@atenaeditora.com.br



Atena
Editora
Ano 2022

DECLARAÇÃO DOS AUTORES

Os autores desta obra: 1. Atestam não possuir qualquer interesse comercial que constitua um conflito de interesses em relação ao artigo científico publicado; 2. Declaram que participaram ativamente da construção dos respectivos manuscritos, preferencialmente na: a) Concepção do estudo, e/ou aquisição de dados, e/ou análise e interpretação de dados; b) Elaboração do artigo ou revisão com vistas a tornar o material intelectualmente relevante; c) Aprovação final do manuscrito para submissão.; 3. Certificam que os artigos científicos publicados estão completamente isentos de dados e/ou resultados fraudulentos; 4. Confirmam a citação e a referência correta de todos os dados e de interpretações de dados de outras pesquisas; 5. Reconhecem terem informado todas as fontes de financiamento recebidas para a consecução da pesquisa; 6. Autorizam a edição da obra, que incluem os registros de ficha catalográfica, ISBN, DOI e demais indexadores, projeto visual e criação de capa, diagramação de miolo, assim como lançamento e divulgação da mesma conforme critérios da Atena Editora.



DECLARAÇÃO DA EDITORA

A Atena Editora declara, para os devidos fins de direito, que: 1. A presente publicação constitui apenas transferência temporária dos direitos autorais, direito sobre a publicação, inclusive não constitui responsabilidade solidária na criação dos manuscritos publicados, nos termos previstos na Lei sobre direitos autorais (Lei 9610/98), no art. 184 do Código Penal e no art. 927 do Código Civil; 2. Autoriza e incentiva os autores a assinarem contratos com repositórios institucionais, com fins exclusivos de divulgação da obra, desde que com o devido reconhecimento de autoria e edição e sem qualquer finalidade comercial; 3. Todos os e-book são *open access*, *desta forma* não os comercializa em seu site, sites parceiros, plataformas de *e-commerce*, ou qualquer outro meio virtual ou físico, portanto, está isenta de repasses de direitos autorais aos autores; 4. Todos os membros do conselho editorial são doutores e vinculados a instituições de ensino superior públicas, conforme recomendação da CAPES para obtenção do Qualis livro; 5. Não cede, comercializa ou autoriza a utilização dos nomes e e-mails dos autores, bem como nenhum outro dado dos mesmos, para qualquer finalidade que não o escopo da divulgação desta obra.



APRESENTAÇÃO

O e-book: “O papel fundamental da química entre as ciências naturais 2” é composto por onze capítulos que apresentam trabalhos nas diferentes áreas da química: *i)* teoria e prática no ensino de química; *ii)* química dos produtos naturais; *iii)* química dos materiais; e *iv)* aplicação de novos materiais e biotecnologia para remediação ambiental.

O primeiro capítulo apresenta um trabalho resultante da observação, experiência e desafios enfrentados por discentes do curso de licenciatura em química, frente ao desafio do processo de ensino-aprendizagem de alunos do ensino médio.

O segundo capítulo apresenta um estudo que trata da importância de compostos fenólicos com propriedades antioxidantes, provenientes de frutos que compõem a dieta alimentar de milhares de famílias. Já os capítulos três e quatro apresentam estudos que avaliaram as propriedades físico-químicas de biodiesel provenientes da espécie Ouricuri e das sementes de *Glycine Max* e *Ricinus Communis L.*

Os capítulos de cinco a nove apresentam trabalhos que objetivaram sintetizar, caracterizar e elucidar as inúmeras propriedades de materiais provenientes de fibra de carbono, aminas quirais, fibras de TiO_2 e de bambu funcionalizadas com óxido de ferro; a fim de se avaliar inúmeras propriedades: *i)* catalíticas; *ii)* semicondutoras e luminescentes; *iii)* novas nanoestruturas pela combinação de duas ou mais substâncias químicas; *iv)* preparo de filmes finos biodegradáveis entre outras propriedades que visem a sua aplicação em larga escala, que leve a proporcionar inúmeros benefícios em forma de tecnologia para a sociedade.

O capítulo 10 apresenta um trabalho de revisão no qual se avaliou a eficiência de Ag_2WO_4 como fotocatalisador para a remoção de corantes em matrizes aquosas. Por fim, o capítulo 11 apresenta uma revisão da aplicação da propriedade de bioluminescência da bactéria *Vibrio fischeri* frente à exposição da toxicidade provenientes de inúmeras classes de Contaminantes de Interesse Emergente e seus produtos de transformação provenientes da aplicação de diferentes processos oxidativos avançados em matrizes aquosas.

Diante desta diversidade de trabalhos que abordaram a aplicação de diferentes áreas da química e afins, esta área da ciência demonstra a sua fundamental importância para aperfeiçoar, desenvolver e remediar novos produtos que chegam até o consumo da sociedade e que objetiva melhorar e aumentar a qualidade de vida das pessoas.


Nesta perspectiva, a Atena Editora vem trabalhando de forma a estimular e incentivar cada vez mais pesquisadores do Brasil e de outros países a publicarem seus trabalhos com garantia de qualidade e excelência em forma de livros, capítulos de livros e artigos científicos.

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1..... 1

EXPERIÊNCIAS DE INSERÇÃO PROFISSIONAL NO ENSINO DE QUÍMICA: TEORIA E PRÁTICA


Alan Stampini Benhame de Castro
Hauster Maximiler Campos de Paula

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.2712206041>

CAPÍTULO 2..... 12

IMPORTÂNCIA DOS BIOATIVOS FENÓLICOS COMO ANTIOXIDANTES NATURAIS


Maria Celeste da Silva Sauthier
Ana Maria Pinto dos Santos
Walter Nei Lopes dos Santos

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.2712206042>

CAPÍTULO 3..... 23

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DAS MISTURAS DE BIODIESEL DE OURICURI E DIESEL DE PETRÓLEO


Rafaela Gabriel
João Inácio Soletti
Sandra Helena Vieira de Carvalho

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.2712206043>

CAPÍTULO 4..... 35

TRANSESTERIFICAÇÃO *IN SITU* MEDIADA POR MICRO-ONDAS PARA PRODUÇÃO DE BIODIESEL A PARTIR DE SEMENTES DE *Glycine max* E *Ricinus communis L.*


Sávio Eduardo Oliveira Miranda
Sandro Luiz Barbosa dos Santos
Stanlei Ivair Klein

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.2712206044>

CAPÍTULO 5..... 45

A THERMODYNAMIC APPROACH FOR MICROSTRUCTURES WITHIN CARBON FIBERS PRECURSORY MESOPHASE PITCH BASED ON THE MÜLLER-LIU PROCEDURE


Caio Cesar Ferreira Florindo

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.2712206045>

CAPÍTULO 6..... 53

RESOLUÇÃO CINÉTICA DINÂMICA DE AMINAS QUIRAIS COM CATALISADOR HETEROGÊNEO DE PALÁDIO SUPORTADO EM DOLOMITA


Fernanda Amaral de Siqueira
Renata Costa Zimpeck
José Carlos Queiroz Arêas
Larissa Moisés da Silva
Lívia Yuriko Sawada

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.2712206046>

CAPÍTULO 7..... 64

OBSERVAÇÃO DA INFLUÊNCIA DE TUNGSTÊNIO PRESENTE EM FIBRAS DE TiO₂ UTILIZADAS COMO SEMICONDUTORES EM FOTOCATÁLISE HETEROGÊNEA


Luana Góes Soares da Silva
Annelise Kopp Alves

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.2712206047>

CAPÍTULO 8..... 75

SÍNTESE DE SEMICONDUTORES DE DIFERENTES COMPOSIÇÕES E SUA CAPACIDADE DE ABSORÇÃO NA REGIÃO UVA


Luana Góes Soares da Silva
Annelise Kopp Alves

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.2712206048>

CAPÍTULO 9..... 85

PREPARAÇÃO DE FILMES FINOS BIODEGRADÁVEIS A BASE DE BAMBU FUNCIONALIZADOS COM ÓXIDO DE FERRO


Viviane Alencar Marques Araújo do Nascimento
Marcelo Ramon da Silva Nunes
William Ferreira Alves
Anselmo Fortunato Ruiz Rodriguez

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.2712206049>

CAPÍTULO 10..... 94

UMA BREVE REVISÃO DO DESEMPENHO DO Ag₂WO₄ NA REMOÇÃO DE CORANTES EM SOLUÇÃO AQUOSA POR FOTOCATÁLISE


Francisco das Chagas Marques da Silva
Germano Pereira dos Santos
Francisco de Assis Araújo Barros
Geraldo Eduardo da Luz Júnior

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.27122060410>

CAPÍTULO 11..... 104

UTILIZAÇÃO DA BACTÉRIA *Vibrio fischeri* NA INDICAÇÃO DE TOXICIDADE AGUDA PROVENIENTES DE CONTAMINANTES DE INTERESSE EMERGENTE E SEUS PRODUTOS DE DEGRADAÇÃO AVALIADOS EM DIFERENTES MATRIZES AQUOSAS

Cleiseano Emanuel da Silva Paniagua
Valdinei de Oliveira Santos

 <https://doi.org/10.22533/at.ed.27122060411>

SOBRE O ORGANIZADOR..... 117

ÍNDICE REMISSIVO..... 118

TRANSESTERIFICAÇÃO *IN SITU* MEDIADA POR MICRO-ONDAS PARA PRODUÇÃO DE BIODIESEL A PARTIR DE SEMENTES DE GLYCINE MAX E *Ricinus communis L.*

Data de aceite: 01/03/2022

Data de submissão: 27/01/2022

Sávio Eduardo Oliveira Miranda

Instituto de Engenharia, Ciência e Tecnologia,
Universidade Federal dos Vales do
Jequitinhonha e Mucuri – UFVJM
Janaúba – MG
<http://lattes.cnpq.br/6996665402513284>

Sandro Luiz Barbosa dos Santos

Departamento de Farmácia - Bioquímica,
Universidade Federal dos Vales do
Jequitinhonha e Mucuri – UFVJM Diamantina
– MG
<http://lattes.cnpq.br/1838900365016581>

Stanlei Ivair Klein

Departamento de Química Geral e Inorgânica,
Instituto de Química de Araraquara,
Universidade do Estado de São Paulo - UNESP
Araraquara - SP
<http://lattes.cnpq.br/2545904877423127>

RESUMO: Neste trabalho, uma rota sintética para a produção de ésteres metílicos de ácidos graxos (EMAC) ou biodiesel é relatado. O biodiesel foi produzido a partir da transesterificação *in situ* de sementes de soja e mamona contendo óleo vegetal, com metanol e utilizando NaOH como catalisador em um processo acelerado por irradiação por micro-ondas. Tal método emprega diretamente as sementes das oleaginosas, eliminando a etapa de extração química ou física do óleo vegetal que normalmente é empregado.

A eficiência dos processos de adequação das matérias-primas e procedimentos reacionais foram confirmadas pela caracterização do biodiesel produzido por RMN ^1H e ^{13}C sendo obtidos rendimentos de 93% para a soja e 96% para a mamona.

PALAVRAS-CHAVE: Biodiesel; Transesterificação *in situ*; Micro-ondas; Soja; Mamona.

MICROWAVE-MEDIATED *IN SITU* TRANSESTERIFICATION FOR BIODIESEL PRODUCTION FROM SEEDS OF GLYCINE MAX AND *Ricinus communis L.*

ABSTRACT: In this work, a synthetic route for the production of fatty acid methyl esters (FAME) or biodiesel is reported. The biodiesel was produced from the *in situ* transesterification of soybean and castor beans containing vegetable oil, with methanol and using NaOH as a catalyst in a process accelerated by microwave irradiation. This method directly employs the seeds of the oilseeds, eliminating the step of chemical or physical extraction of the vegetable oil that is normally employed. The efficiency of the processes for adapting raw materials and reaction procedures were confirmed by the characterization of biodiesel produced by ^1H and ^{13}C NMR, yielding 93% for soybean and 96% for castor bean.

KEYWORDS: Biodiesel; *In situ* transesterification; Microwave; Soy; Castor.

1 | INTRODUÇÃO

Lima e col. (2021), avaliaram o custo de implementação de uma planta de produção de biodiesel e concluíram que se utilizado óleo refinado como matéria-prima no processo, este equivale a 79% do custo total de toda matéria-prima. Na busca por alternativas que suplantasse essa vicissitude, surgiram alguns trabalhos com a produção *in situ* de biodiesel, onde elimina-se a etapa de extração e purificação do óleo vegetal, uma vez que o óleo vegetal é extraído diretamente pelo álcool, geralmente na presença de um co-solvente, irradiação de ultrassom ou micro-ondas, e na presença do catalisador que promoverá a transesterificação (ZENG *et al*, 2009; SHUIT *et al*, 2010; PASCOAL *et al*, 2020; QU *et al*, 2021).

Os primeiros trabalhos sobre produção de biodiesel a partir de fontes vegetais *in situ* datam de 1985 com o pesquisador australiano Kevin J. em um trabalho com sementes de girassol sob catálise homogênea ácida. Na justificativa de seus trabalhos ele citou um aumento de rendimento em ésteres metílicos de ácidos graxos possibilitado pelo aproveitamento de toda semente inclusive a casca que era desprezada pelo método tradicional. Este trabalho apresenta ainda a vantagem de se trabalhar com solventes mais baratos e menos tóxicos que o hexano, frequentemente utilizado na extração de óleo vegetal (HARRINGTON & D'ARCY-EVANS, 1985a; HARRINGTON & D'ARCY-EVANS, 1985b).

Os jatos ultrassônicos são úteis, no sentido de que rompem os limites entre o óleo denso e o álcool menos denso com as fases catalisadoras dissolvidas, evitando a necessidade de agitação vigorosa e longos tempos de contato. Em particular, ultrassom e NaOH transformaram óleo de pinhão-manso (*Jatropha curcas*) em biodiesel com sucesso (HO *et al*, 2014). NaOH também é a escolha para a transesterificação de óleo de dendê com metanol. O tempo de reação de 2,5 min levou a um rendimento de 97,6% em ésteres metílicos de ácidos graxos. Além de encurtar o tempo de reação em relação ao método tradicional que comumente é de 30 minutos, a etapa de separação da glicerina também foi reduzida de 4 h para 4 min quando irradiado por micro-ondas (ALLAMI *et al*, 2019).

O presente estudo contribuiu com a investigação de uma técnica alternativa para a produção de biodiesel a partir de duas fontes de óleo. Assim, o objetivo principal deste trabalho foi avaliar a produção de ésteres metílicos de soja (*Glycine max*) e mamona (*Ricinus communis* L.) empregando transesterificação *in situ* assistida por irradiação de micro-ondas. O biodiesel formado foi caracterizado por RMN ¹H e RMN ¹³C. Por fim, purificou-se a glicerina e obteve-se os sais provenientes do catalisador utilizado.

2 | MATERIAIS E MÉTODOS

A eficiência da metodologia empregando irradiação de micro-ondas oriundas de um

forno doméstico demonstrada por este grupo de pesquisa levou ao estudo do seu uso em reações *in situ*. O que se descreverá, portanto, são adaptações de trabalhos previamente publicados (BARBOSA, KLEIN *et al*, 2013; BARBOSA, MIRANDA *et al*, 2013; BARBOSA *et al*, 2014; BARBOSA *et al*, 2015; BARBOSA *et al*, 2018; BARBOSA *et al*, 2019).

2.1 Preparação do metóxido

O metóxido de sódio, promovedores de reações de transesterificação, foi preparado a partir da adição de 0,50 g de NaOH (micropérolas da marca Vetec Química Fina com 99% de pureza) à um béquer contendo 400 mL de metanol (metanol 99,5% da Proquímios). A mistura foi agitada até completa dissolução do NaOH por um período de 30 minutos.

2.2 Síntese de biodiesel metílico a partir de sementes (*in natura*) de soja e mamona em um processo promovido por metóxido de sódio.

Sementes de soja (100,0 g) e mamona (100,0 g), previamente trituradas, foram secas em uma estufa a temperatura de 80 °C durante um período de 12 horas. Após esse período as biomassas foram transferidas a um dessecador e mantida nestas condições até atingir a temperatura ambiente. O metóxido de sódio obtido anteriormente foi adicionado ao béquer (1000 mL) contendo uma das biomassas desidratadas sob agitação mecânica a 730 RPM durante 10 minutos. Após esse período o béquer contendo a mistura reacional foi transferida a um forno de micro-ondas doméstico não modificado (marca Panasonic modelo NN-S46B na frequência de 2450 GHz) e irradiada a uma potência de 240 W durante um período de 10 minutos. O processo reacional foi acompanhado por cromatografia em camada delgada (CCD), tendo como eluente uma mistura contendo hexano, acetato de etila e ácido acético glacial na proporção de 9:1:0,5 e vapores de iodo como revelador. Amostras da mistura reacional foram coletadas com o auxílio de um capilar de vidro a cada intervalo de 1 minuto durante 10 minutos, ou seja o período necessário para que todo o material de partida (triglicerídeos) fosse consumido. Após esse período o forno de micro-ondas foi desligado e a mistura reacional mantida em repouso até atingir a temperatura ambiente e ser transferida a um funil de Buchner para retirar o material vegetal sólido. A solução filtrada foi transferida a um balão de fundo redondo e concentrado em evaporador rotativo a 90 rpm sob pressão reduzida. A solução concentrada foi transferida a um funil de separação (250 mL) onde ocorreu, após 10 minutos de repouso, a formação de duas fases, sendo a fase superior composta por biodiesel metílico e a fase inferior composta pela glicerina. Posteriormente as fases foram separadas, sendo que a fase contendo biodiesel foi transferida a um segundo funil de separação (250 mL) e lavada com água destilada até pH neutro, a fim de se retirar vestígios de bases alcalina e um pequeno excesso de metanol. A solução contendo biodiesel foi seca em K_2SO_4 anidro, sendo obtido um rendimento de 93% para a soja e 96% para a mamona. A glicerina obtida no processo foi armazenada em um frasco para posterior purificação.

2.3 Purificação da glicerina obtida

A glicerina obtida na etapa de produção do biodiesel foi transferida a um béquer (1000 mL) e acidificada com H_2SO_4 concentrado até pH 1. Ao acidificar a solução contendo glicerina, ocorre formação de duas novas fases, uma superior contendo com biodiesel que estava solubilizado na glicerina e ácidos graxos livres (AGL) e, conseqüentemente a fase inferior contendo de glicerina bruta e sais de Na_2SO_4 . Posteriormente as fases foram separadas e a glicerina juntamente com os sais de Na_2SO_4 formados foi transferida a um béquer (1000 mL) e neutralizados com uma solução concentrada de hidróxido de sódio. Este procedimento de neutralização leva a precipitação de Na_2SO_4 o qual é separado da glicerina por filtração em um funil de Buchner (250 mL). A glicerina obtida foi posteriormente purificada por destilação a pressão reduzida (0,0010 mmHg). O precipitado contendo Na_2SO_4 foi purificado por recristalização, utilizando água destilada (100,0 mL) como solvente e carvão ativo para adsorção de pigmentos e substâncias orgânicas polares. O produto obtido foi seco em estufa a 100 °C durante 12 horas e ativado em mufla a 600 °C por 4 horas. Após este período os sais de sulfato de sódio foram mantidos na mufla desligada até atingirem a temperatura ambiente e armazenado em um frasco, sendo posteriormente utilizado como dessecante na secagem de biodiesel.

2.4 Análise de Ressonância Magnética Nuclear de Hidrogênio (RMN 1H) e Ressonância Magnética Nuclear de Carbono (RMN ^{13}C)

Análises de RMN 1H foram realizadas utilizando um espectrômetro INOVA de 500 MHz equipado com sondas BBO de 5 mm e 7,05 T. Clorofórmio deuterado ($CDCl_3$) e TMS foram utilizados como solvente e padrão interno, respectivamente. Espectros 1H (500 MHz) foram registrados com duração de pulso de 45,0°, um atraso de reciclagem de 1,0 s e 8 varreduras. Os espectros de ^{13}C (125 MHz) foram registrados com uma duração de pulso de 45°, um atraso de reciclagem de 1,89 s e 200 varreduras.

3 | RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Produção *in situ* de biodiesel metílico a partir de sementes de soja e mamona

A metodologia empregando irradiação de micro-ondas oriundas de um forno doméstico em reações *in situ*, ou seja, a transesterificação direta do óleo nas sementes das oleaginosas (soja e mamona) sem a necessidade de extração antecedente, mostrou-se muito eficiente. O processo consistiu inicialmente de uma desidratação prévia das sementes. Isso se fez necessário visto que a presença de água ou umidade interfere no processo de transesterificação dos triglicerídeos promovida por álcalis.

Um dos desafios deste trabalho foi o de aplicar as irradiações de micro-ondas oriundas de forno de micro-ondas doméstico (comum) que não são homogêneas em

reações químicas (transesterificação). A irradiação não homogênea produzida pelo forno de micro-ondas comum transforma o processo de aquecimento do meio reacional não uniforme, o que poderia afetar a conversão total do óleo vegetal em biodiesel. Trabalhos anteriores indicaram que 0,5 mol de metanol, uma molécula polar e fortemente absorvente de micro-ondas, chegaria a sua temperatura de ebulição com menos de 15 segundos, quando irradiado com uma potência de 560 W (BAGHURST & MINGOS, 1992). Desta forma pode-se supor que o metanol pode ferver e homogeneizar a mistura reacional, consequentemente contrabalanceando a irradiação não homogênea e evitando a necessidade de agitação externa. Além disso, o tempo de reação, aparentemente longo de 10 minutos aqui empregado, garante a eficiência do processo de transesterificação.

O rendimento aproximado do processo de transesterificação do óleo de soja e mamona em metanol e com emprego de NaOH como catalisador do processo reacional, pode ser estimada considerando que o óleo de soja e mamona são constituídos pelos triglicerídeos típicos, ácido oleico e ricinoleico, respectivamente e pelos teores de lipídios nas sementes de 20% e 37%, respectivamente. Desta forma, os rendimentos obtidos foram de 93% para a soja e 96% para a mamona.

3.2 Análise de Ressonância Magnética Nuclear de Hidrogênio (RMN ^1H) e Ressonância Magnética Nuclear de Carbono (RMN ^{13}C) do biodiesel metílico produzido *in situ* a partir de sementes de soja

A Figura 1 apresenta o espectro de RMN ^1H 500 MHz de uma amostra de biodiesel metílico, produzido a partir de sementes de soja (*Glycine max*) em um processo irradiado por micro-ondas oriundas de um forno doméstico.

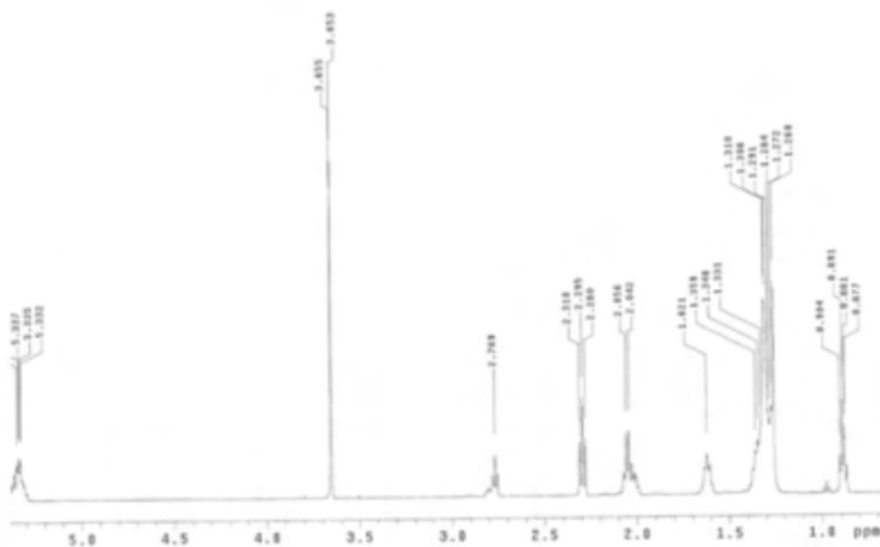


Figura 1: Região alquílica do espectro de RMN ^1H (500 MHz) do biodiesel metílico produzido a partir de sementes de soja.

O espectro de RMN ^1H mostra um sinal (singlete) em 3.48 ppm correspondente aos prótons metílicos do grupamento metoxila. Os prótons α -metilênicos presentes nos ésteres derivados de triglicerídeos aparecem como um tripleto em 2.29 ppm indicando a completa conversão dos triglicerídeos nos respectivos ésteres metílicos desejados.

O espectro de RMN ^{13}C 125 MHz está representado na figura 2.

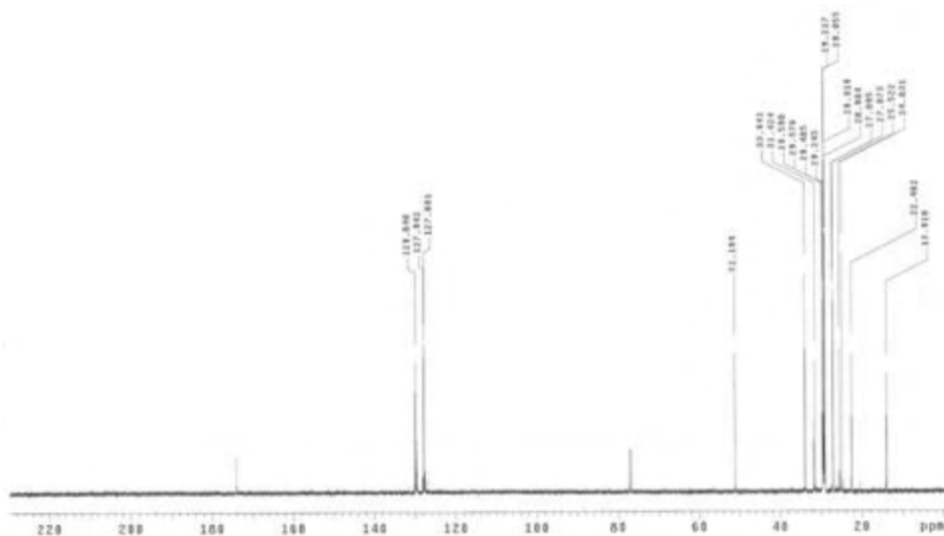


Figura 2: Espectro de RMN ^{13}C (125 MHz) do biodiesel metílico produzido a partir de sementes de soja.

Nesse espectro, a presença de pico em 51.19 ppm refere-se ao carbono do grupamento metoxila, já os picos que aparecem na região de 27 a 30 ppm são referentes aos carbonos α -metilênicos. No espectro percebe-se também, a presença de picos na região dos carbonos vinílicos (129 a 127 ppm) referentes às insaturações presentes nos ácidos graxos constituintes dos triglicerídeos presentes nos óleos de soja e que não são afetadas pelo processo reacional e nem pelas irradiações das micro-ondas. Os carbonos carbonílicos aparecem na região de 173 ppm no espectro de RMN ^{13}C .

3.3 Análise de Ressonância Magnética Nuclear de Hidrogênio (RMN ^1H) e Ressonância Magnética Nuclear de Carbono (RMN ^{13}C) do biodiesel metílico produzido *in situ* a partir de sementes de mamona

A Figura 3 apresenta a região alquílica e vinílica do espectro de RMN ^1H 500 MHz de uma amostra de biodiesel metílico, produzido a partir de sementes de mamona (*Ricinus communis* L.) em um processo irradiado por micro-ondas oriundas de um forno doméstico.

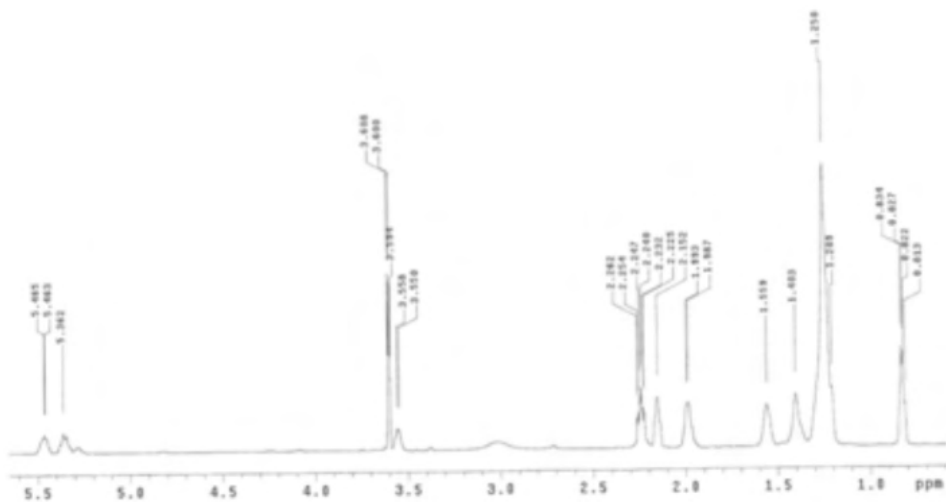


Figura 3: Região alquílica e vinílica do espectro de RMN ^1H (500 MHz) do biodiesel metílico produzido a partir de sementes de mamona.

O espectro de RMN ^1H mostra um sinal (singlete) em 3.48 ppm correspondente aos prótons metílicos do grupamento metoxila. Os prótons α -metilênicos presentes nos ésteres derivados de triglicerídeos aparecem como um tripleto em 2.24 ppm, sendo que o pico referente à hidroxila presente no ácido graxo ricinoléico aparece em 3.00 ppm.

O espectro de RMN ^{13}C 125 MHz está representado na figura 4.

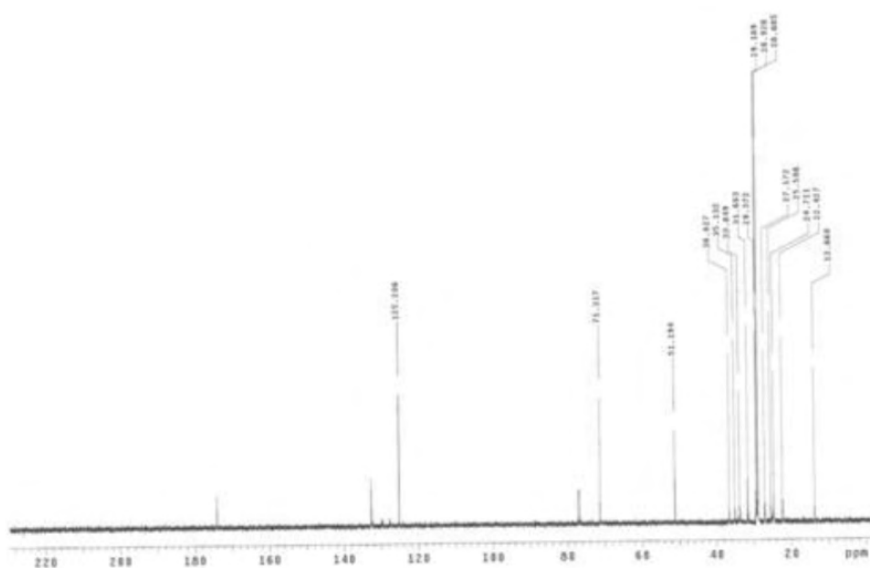


Figura 4: Espectro de RMN ^{13}C (125 MHz) do biodiesel metílico produzido a partir de sementes de mamona.

Neste espectro, a presença de pico em 71.31 ppm refere-se ao carbono carbinol do ácido graxo ricinoléico e o pico em 51.31 ppm referente ao carbono do grupamento metoxila, já os picos que aparecem na região de 36 ppm são referentes aos carbonos α -metilênico. No espectro podemos perceber também a presença de um pico na região dos carbonos vinílicos (125.21 ppm) referentes às insaturações presentes nos ácidos graxos constituintes dos triglicerídeos presentes no óleo de mamona e que não são afetadas pelo processo reacional e nem pelas irradiações das micro-ondas. Os carbonos carbonílicos aparecem na região de 174.10 ppm no espectro de RMN ^{13}C .

3.4 Purificação da glicerina e obtenção de sais provenientes do catalisador

A glicerina resultante do processo de transesterificação é uma substância escura, consequência de impurezas dissolvidas nela como, AGL, algum biodiesel que se solubilizou nesta fase e os íons provenientes do catalisador. A metodologia proposta para purificação da glicerina passa por uma acidificação até pH 1 utilizando o ácido mineral H_2SO_4 . Esse procedimento protona todos os compostos ácidos, que estão na sua forma de base conjugada, consequência da catálise básica utilizada. Essa protonação leva a separação de duas fases, uma superior contendo AGL e traços de biodiesel e uma inferior contendo glicerina e sais do catalisador utilizados (Figura 5).

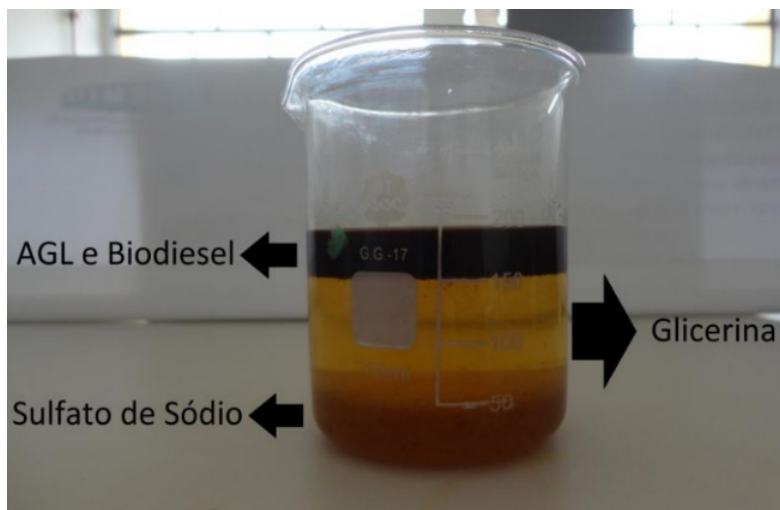


Figura 5: Separação das fases após acidificação da glicerina bruta.

A glicerina foi então separada, em um funil de separação, e neutralizada com o hidróxido utilizado para promover a transesterificação. Em uma filtração simples sob pressão reduzida, retiram-se os sais provenientes do catalisador. A glicerina é então destilada a pressão reduzida por duas vezes, adquirindo grau farmacêutico de pureza.

No processo de purificação da glicerina e recuperação do catalisador, o ácido

sulfúrico foi escolhido por fornecer produtos (sulfatos) que apresentam maior importância comercial. A purificação dos sulfatos mostrou-se muito simples, através de uma simples recristalização utilizando água como solvente, e eficiente (Figura 6), podendo ser reintegrado à cadeia produtiva de biodiesel como dessecante.



Figura 6: Sulfato de sódio obtido da purificação da glicerina antes (à esquerda) e depois (à direita) da recristalização.

4 | CONCLUSÃO

Neste trabalho descrevemos a produção de biodiesel por rota metilica, a partir de sementes de soja e mamona em reações de transesterificação *in situ* catalisadas por base (NaOH) e irradiadas por micro-ondas oriundas de um forno doméstico. A eficiência dos processos de adequação das matérias-primas e procedimentos reacionais empregando irradiação de micro-ondas foram confirmadas pela caracterização do biodiesel produzido por RMN ^1H e ^{13}C . Uma das vantagens desta técnica é possibilitar a redução no preço do processo de produção do biodiesel, uma vez que a extração e refino do óleo vegetal não se torna necessária.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

ALLAMI, H.A.; *et al.* **Precise evaluation the effect of microwave irradiation on the properties of palm kernel oil biodiesel used in a diesel engine.** Journal of Cleaner Production, v. 241, p. 117777, 2019.

BAGHURST, D.R.; MINGOS, D.M.P. **Superheating Effects Associated with Microwave Dielectric Heating**. Journal of the Chemical Society, n. 9, p. 674-677, 1992.

BARBOSA, S.L.; KLEIN, S.I.; *et al.* **Methylic and ethylic biodiesel fuel: methanolysis and ethanolysis of pulp of pequi (*Caryocar brasiliensis* Camb) fruit in natura catalysed by base in a process irradiated by microwave**. International Journal of Education and Research, v. 1, p. 49-60, 2013

BARBOSA, S.L.; MIRANDA, S.E.O.; *et al.* **Ethyl biodiesel: microwave irradiation aiding ethanolysis of waste cooking oil**. European International Journal of Science and Technology, v. 2, p. 211-222, 2013.

BARBOSA, S.L.; *et al.* **Biodiesel from waste cooking oil: sodium carbonate modified sand as filter, TLC and the unmodified domestic microwave oven approach**. Eclética Química (UNESP. Araraquara. Impresso) , v. 39, p. 120, 2014.

BARBOSA, S.L.; *et al.* **Benzyl benzoate and dibenzyl ether from benzoic acid and benzyl alcohol under microwave irradiation using a SiO₂-SO₃H catalyst**. Catalysis Communications (Print), v. 68, p. 97-100, 2015.

BARBOSA, S.L.; *et al.* **Ketalization of ketones to 1,3-dioxolanes and concurring self-adolization catalyzed by an amorphous, hydrophilic SiO₂-SO₃H catalyst under microwave irradiation**. Journal of the Brazilian Chemical Society, v. 00, p. 1-9, 2018.

BARBOSA, S.L.; *et al.* **Synthesis of phenyl esters using SiO₂-SO₃H catalyst in conventional Heating and microwave-irradiated esterification processes**. Journal of Nanoscience and Nanotechnology, v. 19, p. 3663-3668, 2019.

HARRINGTON, K. J.; D'ARCY-EVANS, C. **A comparison of conventional and in situ methods of transesterification of seed oil from a series of sunflower cultivars**. Journal of the American Oil Chemists' Society, v. 62, n. 6, p. 1009-1013, 1985a.

HARRINGTON, K. J.; D'ARCY-EVANS, C. **Transesterification in situ of sunflower seed oil**. Industrial & Engineering Chemistry Research, v. 24, n. 2, p. 314-318, 1985b.

LIMA, I.M.; *et al.* **Produção de biodiesel via transesterificação sob catálise heterogênea com matéria-prima de menor valor agregado**. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Química) - Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Maria. Santa Maria, p. 229. 2021.

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, v. 147, n. 1, p. 1815-1824, 2020.

QU, S.; *et al.* **Microwave-assisted in-situ transesterification of *Spirulina platensis* to biodiesel using PEG/MgO/ZSM-5 magnetic catalyst**. Journal of Cleaner Production, v. 311, p. 127490, 2021.

SHUIT, S. H.; *et al.* **Reactive extraction and in situ esterification of *Jatropha curcas* L. seeds for the production of biodiesel**. Fuel, v. 89, n. 2, p. 527-530, 2010.

ZENG, J. L.; *et al.* **Rapid In Situ Transesterification of Sunflower Oil**. Industrial & Engineering Chemistry Research, v. 48, n. 2, p. 850-856, 2009.

ÍNDICE REMISSIVO

A

Absorção 73, 75, 76, 83, 92

Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP) 23

Alaranjado de metila 64, 65, 67, 70, 71, 73, 75, 77, 78, 79, 80, 83, 94, 96, 98, 99, 100

Aminas quirais 53, 63

Antioxidantes 12, 14, 15, 20, 25

Atividade fitoquímica 13

Azul de metileno 94, 96, 98, 100

B

Bambu 85, 86, 87, 89, 90, 91, 92

Band gap 65, 67, 72, 73, 77, 80, 83, 95

Bioativos 12, 14, 15, 20

Biodegradável 85, 87, 92

Biodiesel 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 36, 37, 38, 39, 40, 41, 42, 43, 44, 62

C

Carboximetilcelulose (CMC) 85

Catalisador 24, 27, 35, 36, 39, 42, 53, 54, 55, 56, 57, 58, 59, 60, 61, 63, 64, 68, 95

Catálise homogênea 36

Combustível 23, 24, 25, 28, 29, 30, 31, 32, 33

Conhecimento químico 1, 10

Corante 64, 65, 67, 68, 70, 71, 72, 73, 74, 75, 77, 78, 79, 80, 83, 84, 97, 98, 99, 100

D

Densidade 14, 23, 25, 26, 27, 28, 30, 31, 33

Dióxido de Titânio (TiO₂) 64

Dolomita 53, 56, 57, 61, 63

E

Electrospinning 64, 65, 66, 68, 71, 72, 74, 75, 77, 78, 82

Ensino aprendizagem 1

Ensino de química 1

Entropia 45

Estágio supervisionado 1, 2, 6, 11

F

Fenólicos 12, 13, 14, 15, 16, 18, 19, 20
Fibras de carbono 45
Filmes finos 85, 87, 89, 90, 91, 92
Formação de professores 1, 4
Fotoatividade 65, 72, 73, 74, 75, 80, 83, 84, 100
Fotocatálise heterogênea 64, 65, 72, 95
Fotodegradação 64, 94, 99, 100
Fotoestável 94, 98
Fotorreação 95

L

Luminescência 76, 77, 80, 81
Luz 15, 18, 67, 68, 71, 73, 76, 77, 78, 79, 80, 81, 83, 94, 95, 102, 103

M

Microestruturas 45
Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) 53, 57
Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) 64, 69, 70, 75, 79, 92

N

Nanocompósitos 85, 86, 87, 89, 91
Nanomateriais 64, 65, 73, 85, 86, 92
Nanotecnologia 65

O

Óleo diesel 23, 24, 25
Óleo vegetal 33, 35, 36, 39, 43
Ouricuri 23, 24, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34
Óxido de ferro 85, 86, 87, 89, 90, 91, 92

P

Paládio 53, 55, 56, 61, 63
Piche mesofásico 45
Polietilenoglicol (PEG) 85
Polímeros 85
Poluição ambiental 95

Propriedades ópticas 64, 72, 75

Propriedades terapêuticas 12, 20

R

Radiação eletromagnética 76

Reflectância 76

Remediação 95, 97, 98, 99, 117

Resolução cinética dinâmica (RCD) 53, 54

Rodamina B 98, 99

S

Semicondutor 95

T

Teoria mesoscópica 45

Termodinâmica 45

Transesterificação 24, 27, 35, 36, 37, 38, 39, 42, 43, 44

Transmissão 53, 57, 76

Tungstênio 64, 72, 73, 75, 80, 83


V


Viscosidade 23, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 33


O papel fundamental da

QUÍMICA entre as CIÊNCIAS NATURAIS 2

 www.atenaeditora.com.br

 contato@atenaeditora.com.br

 [@atenaeditora](https://www.instagram.com/atenaeditora)

 www.facebook.com/atenaeditora.com.br




Ano 2022

O papel fundamental da

QUÍMICA entre as CIÊNCIAS NATURAIS 2

🌐 www.atenaeditora.com.br

✉ contato@atenaeditora.com.br

📷 @atenaeditora

📘 www.facebook.com/atenaeditora.com.br

