

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS  
INSTITUTO DE QUÍMICA E BIOTECNOLOGIA

LAURA LETÍCIA FREITAS FERREIRA DA SILVA

**APLICAÇÃO DE ÓXIDOS MISTOS DERIVADOS DE HDL Mg/Al  
SINTETIZADOS A PARTIR DE RESÍDUO DE ALUMÍNIO NA REAÇÃO  
DE TRANSESTERIFICAÇÃO**

MACEIÓ  
2025

LAURA LETÍCIA FREITAS FERREIRA DA SILVA

**APLICAÇÃO DE ÓXIDOS MISTOS DERIVADOS DE HDL Mg/Al  
SINTETIZADOS A PARTIR DE RESÍDUO DE ALUMÍNIO NA REAÇÃO  
DE TRANSESTERIFICAÇÃO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado  
ao curso de Química Bacharelado da  
Universidade Federal de Alagoas, como  
requisito parcial à obtenção do grau de  
Bacharelado em Química.

Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Simoni Margareti  
Plentz Meneghetti.

MACEIÓ  
2025

**Catalogação na fonte  
Universidade Federal de  
AlagoasBiblioteca Central  
Divisão de Tratamento Técnico**

Bibliotecária: Marcelino de Carvalho Freitas Neto – CRB-4 – 1767

S586a Silva, Laura Letícia Freitas Ferreira da.

Aplicação de óxidos mistos derivados de HDL Mg/Al sintetizados a partir de resíduo de alumínio na reação de transesterificação / Laura Letícia Freitas Ferreira da Silva. – 2025.

43 f. : il.

Orientadora: Simoni Margareti Plentz Meneghetti.

Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso em Química: Bacharelado) – Universidade Federal de Alagoas. Instituto de Química e Biotecnologia. Maceió, 2025.

Bibliografia: f. 40-43.

1. Hidróxidos duplos lamelares. 2. Catálise heterogênea. I. Título.

## FOLHA DE APROVAÇÃO

LAURA LETÍCIA FREITAS FERREIRA DA SILVA

### APLICAÇÃO DE ÓXIDOS MISTOS DERIVADOS DE HDL Mg/Al SINTETIZADOS A PARTIR DE RESÍDUO DE ALUMÍNIO NA REAÇÃO DE TRANSESTERIFICAÇÃO

Aprovado em: 18/02/2025

Documento assinado digitalmente  
**gov.br** SIMONI MARGARETI PLENTZ MENEGHETTI  
Data: 18/02/2025 16:03:00-0300  
Verifique em <https://validar.itd.gov.br>

---

Prof. Dra. Simoni Margaretti Plenz Meneghetti  
IQB/UFAL (Orientadora)

Documento assinado digitalmente  
**gov.br** CINTYA D ANGELES DO ESPIRITO SANTO BARBOZA  
Data: 18/02/2025 16:11:45-0300  
Verifique em <https://validar.itd.gov.br>

---

Prof. Dra. Cintya D Angeles do Espírito Santo Barbosa  
IQB/UFAL (Examinadora)

Documento assinado digitalmente  
**gov.br** JANAINA HEBERLE BORTOLUZZI  
Data: 18/02/2025 16:15:06-0300  
Verifique em <https://validar.itd.gov.br>

---

Prof. Dra. Janaína Heberle Bortoluzzi  
IQB/UFAL (Examinadora)

MACEIÓ  
2025

Ao meu pai, Luciano, à minha mãe, Carla,  
e aos meus irmãos, Pedro e Bruna, por  
todo o amor, apoio e incentivo em cada  
etapa da minha vida.

Ao meu noivo, Israel, por sua paciência,  
incentivo e por acreditar em mim em todos  
os momentos.

Dedico.

*A mente que se abre a uma nova ideia, jamais voltará ao seu tamanho original.*

***Albert Einstein***

## **AGRADECIMENTO**

Agradeço primeiramente a Deus, pela vida, por todas as oportunidades e por estar sempre ao meu lado me guiando e mostrando o caminho certo a seguir.

Aos meus pais, Luciano e Carla, que são a base de tudo para mim. Com amor, conselhos e dedicação, me apoiaram nos momentos difíceis. Aos meus irmãos, Pedro e Bruna, pelo carinho, amizade e compreensão. Sem vocês esse momento não seria possível.

De forma especial, ao meu noivo, Israel, por estar ao meu lado nos momentos difíceis, sempre me apoioando e incentivando. Agradeço pela paciência, dedicação, carinho, amor, companheirismo e, acima de tudo, por ter acreditado em mim até mesmo quando nem eu acreditava.

Às minhas amigas de longas datas, Anny, Cícera e Wellytânia, que acompanham a minha trajetória desde o ensino médio. Sou muito grata pela amizade e companheirismo de vocês.

À minha orientadora, Prof<sup>a</sup>. Dra. Simoni M. Plentz Meneghetti, por acreditar em mim, pela paciência, dedicação, responsabilidade, pelas oportunidades e orientações por todos esses anos. Obrigada por tudo!

Aos demais professores e alunos membros do Grupo de Catálise e Reatividade Química (GCAR), em especial à Bianca Araújo que fez parte da minha trajetória desde o meu primeiro contato com a iniciação científica, e à Dra. Rayssa Motta, que além de minha amiga, me auxiliou não apenas na construção deste trabalho, mas em diversos outros momentos. Aos meus amigos, James, Evellyn, Glória, Alson, Vilela, Társila, Leonardo, Gustavo, Ana e a todos que fazem o GCaR, pelos incentivos, questionamentos, momentos de alegria e, acima de tudo, pela amizade e atenção demonstradas ao longo dessa jornada.

Aos órgãos que financiaram essa pesquisa, bem como aos professores e servidores da Universidade Federal de Alagoas, por todo empenho em seus trabalhos.

## RESUMO

A busca por combustíveis alternativos tem se intensificado como uma solução viável para substituir o petrodiesel, promovendo benefícios tanto ambientais quanto econômicos. Nesse cenário, o biodiesel surge como uma alternativa sustentável, sendo um combustível renovável e biodegradável produzido por meio da reação de transesterificação de ésteres de ácidos graxos presentes em óleos vegetais e gorduras. Para que essa reação ocorra com alta eficiência, é essencial a utilização de catalisadores, que podem ser classificados como homogêneos ou heterogêneos. Neste trabalho, hidróxidos duplos lamelares (HDLs) foram sintetizados por dois métodos: co-precipitação (HDL-CP) e co-precipitação seguida de tratamento hidrotérmico (HDL-H). A partir desses materiais, óxidos mistos ( $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MgO}$ ) foram obtidos por calcinação a 550°C e aplicados como catalisadores heterogêneos na produção de ésteres alquílicos. O estudo das propriedades estruturais dos óxidos sintetizados foi realizada através de espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDX), espectroscopia de absorção no infravermelho (FT-IR), difração de raios-X (DRX), termogravimetria (TGA), área superficial específica (BET), microscopia eletrônica de transmissão (MET), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e dessorção por temperatuta programada (TPD). Com a análise do perfil de difração de raios-X dos catalisadores, foi confirmada a formação dos óxidos mistos devido à calcinação. Para as reações modelo de transesterificação, acetato de etila e metanol foram utilizados na razão molar 1:5, a 120°C, com tempos reacionais variando de 15 a 360 minutos, e 5% em massa de catalisador. A conversão do acetato de etila foi quantificada por cromatografia gasosa com detector de ionização em chama (CG-FID). O catalisador HDL-CP apresentou 63% de conversão, mostrando-se promissor para reações de transesterificação. Os resultados indicam que os óxidos mistos derivados de HDLs podem ser uma opção viável como catalisadores heterogêneos em processos de transesterificação.

**Palavras-chave:** Hidróxidos Duplos Lamelares, catálise heterogênea

## ABSTRACT

The search for alternative fuels has intensified as a viable solution to replace petrodiesel, promoting both environmental and economic benefits. In this scenario, biodiesel emerges as a sustainable alternative, being a renewable and biodegradable fuel produced through the transesterification reaction of fatty acid esters present in vegetable oils and fats. For this reaction to occur with high efficiency, the use of catalysts, which can be classified as homogeneous or heterogeneous, is essential. In this work, layered double hydroxides (LDHs) were synthesized by two methods: co-precipitation (LDH-CP) and co-precipitation followed by hydrothermal treatment (LDH-H). From these materials, mixed oxides ( $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MgO}$ ) were obtained by calcination at 550°C and applied as heterogeneous catalysts in the production of alkyl esters. The study of the structural properties of the synthesized oxides was carried out through energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX), infrared absorption spectroscopy (FT-IR), X-ray diffraction (XRD), thermogravimetry (TGA), specific surface area (SSA), transmission electron microscopy (TEM), scanning electron microscopy (SEM) and temperature programmed desorption (TPD). The analysis of the X-ray diffraction profile of the catalysts confirmed the formation of mixed oxides due to calcination. For the model transesterification reactions, ethyl acetate and methanol were used in a molar ratio of 1:5, at 120°C, with reaction times ranging from 15 to 360 minutes, and 5% by mass of catalyst. The conversion of ethyl acetate was quantified by gas chromatography with flame ionization detector (GC-FID). The HDL-CP catalyst showed 63% conversion, showing promise for transesterification reactions. The results indicate that mixed oxides derived from HDLs may be a viable option as heterogeneous catalysts in transesterification processes.

**Keywords:** Layered Double Hydroxides, heterogeneous catalysis

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1 -</b> Síntese da reação de transesterificação dos ácidos graxos .....	19
<b>Figura 2 -</b> Estrutura tridimensional de uma hidrotalcita .....	22
<b>Figura 3 -</b> Efeito memória dos óxidos provenientes de hidrotalcitas.....	23
<b>Figura 4 -</b> Resíduo de alumínio da fábrica de esquadrias de alumínio .....	24
<b>Figura 5 -</b> Processo de lixiviação básica.....	25
<b>Figura 6 -</b> Fluxograma do método de co-precipitação .....	26
<b>Figura 7 -</b> Fluxograma do método de co-precipitação seguido por um tratamento hidrotérmico.....	26
<b>Figura 8 -</b> Reação de transesterificação entre acetato de metila e etanol.....	29
<b>Figura 9 -</b> Fluxograma do ensaio catalítico em reação de transesterificação ...	29
<b>Figura 10 -</b> Curvas termogravimétricas e análise térmica para os catalisadores Mg-Al-O <sub>HDL</sub> -CP e Mg-Al-O <sub>HDL</sub> -H .....	31
<b>Figura 11 -</b> Isotermas de adsorção de nitrogênio e distribuições de diâmetro de poros dos catalisadores Mg-Al-O HDL-CP e Mg-Al-O HDL-H. ....	32
<b>Figura 12 -</b> Padrões de DRX de Mg-Al-O <sub>HDL</sub> -CP e Mg-Al-O <sub>HDL</sub> -H.....	33
<b>Figura 13 -</b> Espectros de FTIR de Mg-Al-O <sub>HDL</sub> -CP e Mg-Al-O <sub>HDL</sub> -H.....	34
<b>Figura 14 -</b> Imagens de microscopia eletrônica de transmissão (MET): (a) Mg-Al-O <sub>HDL</sub> -CP e (b) Mg-Al-O <sub>HDL</sub> -H .....	35
<b>Figura 15 -</b> Microscópio Eletrônico de Transmissão de Varredura (STEM) imagens do Mg-Al-O <sub>LDH</sub> -CP.....	35
<b>Figura 16 -</b> Imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV): (ab) Mg-Al-O <sub>HDL</sub> -CP e (cd) Mg-Al-O <sub>HDL</sub> -H .....	36
<b>Figura 17 -</b> CO <sub>2</sub> -TPD de Mg-Al-O HDL-CP e Mg-Al-O HDL-H .....	36
<b>Figura 18 -</b> Conversão de acetato de etila (%) na presença de Mg-Al-O <sub>HDL</sub> -CP e Mg-Al-O <sub>HDL</sub> -H e sem o uso de catalisador, na razão molar 1:5:0,005 (AE:MeOH:cat), até 360 min a 120°C e 1000 rpm .....	37

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1:</b> Principais Vantagens e desvantagens do biodiesel.....	18
<b>Tabela 2:</b> Reagentes e Solventes utilizados.....	24
<b>Tabela 3:</b> Propriedades texturais e estruturais dos óxidos mistos Mg-Al-O HDL-CP e Mg-Al-O HDL-H.....	32

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

BET	Brunauer-Emmett-Teller
BJH	Barrett-Joyner Halenda
C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>	Acetato de Etila
CG	Cromatografia Gasosa
DRX	Difratometria de Raios-X
EtOH	Etanol
FTIR	Fourier Transform InfraRed spectroscopy
GCaR	Grupo de Catálise e Reatividade Química
h	Hora
HCl	Ácido Clorídrico
HDL	Hidróxido Duplo Lamelar
IUPAC	União Internacional de Química Pura e Aplicada
MET	Microscópio Eletrônico de Transmissão
MeOH	Metanol
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
Mg	Miligramma
Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Nitrato de Magnésio
min	Minutos
mL	Mililitro
NaOH	Hidróxido de Sódio
nm	Nanômetro
rpm	Rotações por Minuto
TGA	Análise Termogravimétrica
TPD	Dessorção por temperatura propagada
µL	Microlitro

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b>	13
<b>2. OBJETIVOS</b>	16
<b>2.1 Geral</b>	16
<b>2.1. Específicos</b>	16
<b>3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b>	17
<b>3.1. Biocombustíveis</b>	17
<b>3.2. Biodiesel</b>	18
3.2.1. Síntese do biodiesel	19
3.2.1.1. Reação de transesterificação	19
3.2.2. Catálise Heterogênea	19
<b>3.3. Resíduo de alumínio</b>	20
<b>3.4. Hidróxido de Alumínio</b>	20
<b>3.5. Hidróxidos Duplos Lamelares</b>	21
3.5.1. Estrutura	21
<b>3.6. Óxidos Derivados de Hidrotalcitas</b>	22
<b>4. METODOLOGIA</b>	24
<b>4.1. Materiais</b>	24
<b>4.2. Resíduo de alumínio</b>	24
<b>4.3. Lixiviação básica do resíduo de alumínio</b>	25
<b>4.4. Síntese dos precursores dos óxidos catalíticos</b>	25
4.4.1. Método de co-precipitação	25
4.4.2. Método de co-precipitação e tratamento hidrotérmico	26
<b>4.5. Síntese dos catalisadores</b>	27
<b>4.6. Caracterização dos óxidos mistos</b>	27
4.6.1. Análise termogravimétrica	27
4.6.2. Área Superficial Específica e distribuições do diâmetro de poros pelo método de BJH	27
4.6.3. Difração de raios-X (DRX)	27

4.6.4. Espectroscopia de absorção no infravermelho (FT-IR)	28
4.6.5. Microscopia eletrônica de transmissão (MET)	28
4.6.6. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	28
<b>4.7. Reação de transesterificação</b>	28
4.7.1. Testes catalíticos	28
4.7.2. Determinação da conversão do acetato de etila por cromatografia gasosa	29
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÃO</b>	31
<b>5.1. Análise termogravimétrica (TGA)</b>	31
<b>5.2. Área superficial específica e distribuição de poros pelo método BJH</b>	32
<b>5.3. Difração de raios-X</b>	33
<b>5.4. Espectroscopia de absorção no infravermelho (FTIR)</b>	34
<b>5.5. Microscopia eletrônica de transmissão (MET)</b>	34
<b>5.6. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)</b>	35
<b>5.7. CO<sub>2</sub> -TPD de Mg-Al-O HDL-CP e Mg-Al-O HDL-H.</b>	36
<b>5.8. Determinação da conversão catalítica do acetato de etila</b>	37
<b>6. CONCLUSÃO</b>	39
<b>7. REFERÊNCIAS</b>	40

## **1. INTRODUÇÃO**

A crescente escassez de combustíveis fósseis, aliada ao aumento significativo do consumo energético e, sobretudo, às preocupações ambientais decorrentes das elevadas emissões de gases, geradas por fontes não renováveis, tem se tornado um desafio global nos últimos anos. Esse contexto impulsionou a busca por combustíveis renováveis como uma alternativa estratégica para garantir um desenvolvimento sustentável e mitigar os impactos ambientais. Consequentemente, a produção de biocombustíveis, especialmente o biodiesel, tem sido amplamente investigada, considerando que este é derivado de materiais primários renováveis e emite níveis significativamente inferiores de poluentes em comparação com os combustíveis (CASTANHEIRA, 2014).

O biodiesel, conforme a legislação vigente, é um combustível renovável capaz de substituir parcial ou totalmente o diesel de petróleo, trazendo diversos benefícios socioambientais. No Brasil, apenas o biodiesel derivado de óleos ou gorduras vegetais e animais é regulamentado (KNOTHE, 2006). A principal rota comercial de produção envolve catálise alcalina, utilizando hidróxidos ou alcóxidos metálicos na transesterificação com metanol, devido ao alto rendimento e menor custo operacional (CORDEIRO et al., 2011). Embora os catalisadores homogêneos básicos apresentem alta conversão, pesquisas estão focadas no desenvolvimento de catalisadores heterogêneos devido às vantagens como menor corrosividade, facilidade de recuperação e redução de resíduos. Nessa abordagem, o material contém uma fase ativa e um suporte, geralmente, inerte, sendo a alumina amplamente utilizada como suporte de catalisadores por apresentar uma área superficial elevada (GAMA, 2015; CORDEIRO et al., 2011).

Grande parte do alumínio reciclado no Brasil tem como origem as latas de refrigerantes, cervejas e sucos. Porém, outros produtos fabricados com alumínio podem ser reciclados, como por exemplo, esquadrias, janelas, portas, componentes de eletrodomésticos, sobras da produção de utensílios de alumínio, estruturas de boxes, cadeiras, mesas entre outros (ABRELPE, 2025).

O desenvolvimento de métodos econômicos para reutilização de resíduos de alumínio é essencial para agregar valor aos produtos e reduzir impactos ambientais, visto que muitos resíduos são descartados de forma inadequada. O uso de resíduos de alumínio para a síntese de catalisadores heterogêneos é promissor devido à sua estabilidade química, reciclagem e baixa solubilidade. Entre os materiais catalíticos metálicos, as argilas destacam-se, sendo amplamente aplicadas em catálise, reciclagem, agricultura e remediação ambiental devido à suas características interessantes, como

retenção de água, encolhimento, inchaço, reatividade, coesão e tamanho de partículas. Elas podem ser empregadas em sua forma natural, por exemplo em catálise, devido à sua eficácia, baixo custo e abundância (GAMA, 2015; CORDEIRO et al., 2011).

O hidróxido de alumínio sintetizado a partir de resíduos de alumínio representa uma alternativa sustentável, contribuindo para a redução do impacto ambiental associado ao descarte desse metal. Esse material apresenta ampla capacidade, destacando-se seu uso na composição de Hidróxidos Duplos Lamelares (HDL), que possuem estrutura cristalina organizada em camadas e exibem propriedades adsorventes, catalíticas e de troca iônica. A obtenção do HDL ocorre por meio da lixiviação dos íons  $\text{Al}^{3+}$  na forma de hidróxido, seguida por reação com íons divalentes, formando uma estrutura lamelar ordenada com potencial para diversas aplicações (ZAWRAH et al., 2019).

Os Hidróxidos Duplos Lamelares (HDL), também denominados compostos do tipo hidrotalcita, são uma classe de materiais lamelares inorgânicos de natureza básica. Eles apresentam uma estrutura octaédrica, em que os cátions metálicos ocupam a posição central de unidades octaédricas conectadas por compartilhamento de bordas. Cada cátion metálico contém seis íons ( $\text{OH}^-$ ), formando camadas contínuas e bidimensionais. Entre essas camadas, localizam-se espécies aniônicas interlamelares, que podem ser trocadas, conferindo ao HDL sua notável capacidade de troca iônica (BUKHTIYAROVA, 2019).

Devido à sua elevada eficiência em processos de troca iônica, estabilidade química e capacidade de regeneração, a síntese de diferentes tipos de HDL pode ser modulada por meio da variação da natureza dos cátions divalentes e trivalentes, de suas proporções e dos tipos de ânions interlamelares presentes. Essas características conferem aos HDL uma grande variedade de aplicações em diversas áreas, tais como na área da catálise (LI et al. 2020; REYNA VILLANUEVA et al. 2019; ZHOU et al. 2021).

O tratamento térmico dos HDL, em temperaturas superiores a 550 °C resulta no colapso da estrutura lamelar, promovendo a formação de óxidos e hidróxidos metálicos mistos (YANG et al., 2002). Os óxidos mistos resultantes apresentam características notáveis, incluindo tamanho reduzido de cristalitos (aproximadamente 10 nm), área específica elevada, propriedades básicas de superfície e o característico efeito de memória. Esse efeito permite a reidratação dos óxidos mistos na presença de água, possibilitando a regeneração da estrutura lamelar original, conferindo alta aplicabilidade desses materiais em catálise, como adsorventes e ambientais (CAVANI et al., 1991).

A calcinação promove a eliminação da água interlamelar, cuja presença poderia comprometer a eficiência do processo de transesterificação. Além disso, esse tratamento térmico induz à instabilidade da estrutura lamelar dos HDL, originando óxidos mistos

nanoporosos altamente ativos. Esses óxidos apresentam grupos básicos associados à presença de hidroxilas, bem como sítios ácido-base de Lewis, referentes aos pares O<sup>2-</sup> M<sup>n+</sup> (Figura 1), funcionais para a ativação da carbonila dos glicerídeos e na formação de alcóxidos envolvidos nas reações de transesterificação (MENEGHETTI, 2013; CHAGAS et al., 2012; XIE et al, 2006). Assim, com a calcinação dos HDL ocorrem processos de desidratação, descarbonatação e desidroxilação, resultando na formação de óxidos nanoporosos com elevada área superficial catalítica e alta estabilidade térmica (CHAGAS et al., 2012). Esses óxidos apresentam sítios ativos com caráter ácido e básico de Lewis em sua superfície, os quais desempenham seu papel na ativação da carbonila dos glicerídeos e da hidroxila dos álcoois utilizados.

Os óxidos metálicos mistos resultantes da decomposição térmica controlada dos Hidróxidos Duplos Lamelares, também apresentam propriedades estruturais e funcionais interessantes. Dentre essas características, destacam-se a elevada área superficial específica (variando entre 100 e 300 m<sup>2</sup>/g), a presença de sítios básicos, uma dispersão homogênea e termicamente estável dos íons metálicos constituintes, além de efeitos sinérgicos entre os elementos da estrutura. Além disso, esses materiais possuem a capacidade de resistência da estrutura lamelar original sob condições moderadas (DUAN e EVANS, 2006).

Os HDL têm recebido relevante atenção do ponto de vista ambiental e econômico por serem constituídos de materiais abundantes, de simples manuseio, atóxicos, de fácil separação do meio reacional, recicláveis e de baixo custo (XU et al., 2011). Diante das características que tornam interessante a aplicação dos óxidos mistos derivados de HDL, este trabalho tem por objetivo avaliar a atividade catalítica dos óxidos mistos (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/MgO) em reações modelo de transesterificação de acetato de etila e metanol.

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1 Geral**

Sintetizar óxidos mistos derivados de Hidróxidos Duplos Lamelares a partir de resíduos de alumínio, caracterizá-los e avaliar sua aplicabilidade na área de catálise.

### **2.1. Específicos**

- ✓ Sintetizar o hidróxido de alumínio a partir do resíduo de esquadrias de alumínio;
- ✓ Sintetizar os óxidos mistos Mg/Al a partir do hidróxido de alumínio oriundo do resíduo de esquadrias de alumínio;
- ✓ Avaliar os métodos de síntese dos óxidos mistos Mg/Al na formação de compostos do tipo hidrotalcita;
- ✓ Caracterizar os óxidos a partir das técnicas de DRX (Difração de Raio-X), BET (Técnica desenvolvida por Brunauer, Emmett e Teller), TGA (Termogravimetria); FTIR (Espectroscopia de absorção no infravermelho); MET (Microscopia eletrônica de transmissão) e MEV (Microscopia eletrônica de varredura);
- ✓ Avaliar a aplicação dos óxidos Mg/Al sintetizados em reação de transesterificação Acetato de Etila e Metanol;
- ✓ Identificar e quantificar os produtos de reação dos processos catalíticos por cromatografia gasosa.

### **3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

#### **3.1. Biocombustíveis**

O aumento do consumo de energia e a maior acessibilidade aos meios de transporte contribuem para a elevação das emissões de gases de efeito estufa na atmosfera. Paralelamente, a perspectiva de esgotamento das reservas de combustíveis fósseis de fácil exaustão tem impulsionado, em escala global, o interesse científico na produção de biocombustíveis a partir de fontes renováveis, o que envolve a diversificação, para tornar mais sustentável a matriz energética mundial (TARIG et al., 2012).

Os biocombustíveis são definidos como combustíveis ou fontes de energia renováveis derivadas de biomassa, e podem ser encontrados em abundância na natureza ou produzidos em pequena e média escala. Esses combustíveis são empregados em motores de combustão interna como substitutos parciais ou totais dos derivados de petróleo, conforme previsto na definição técnica da Lei nº 9.478, de 6 de agosto de 1997 (MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE, 2015).

Atualmente, diversos tipos de biocombustíveis estão disponíveis no mercado, entre os quais se destacam o bioetanol, o biogás, a biomassa e o biodiesel. Dentre eles, o biodiesel ganha especial relevância como uma substituinte do diesel derivado do petróleo, devido às suas propriedades renováveis, menor impacto ambiental e potencial de redução das emissões de gases de efeito estufa (AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, 2025; MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE, 2025; COSTA, 2016).

O uso de óleos vegetais como combustível é documentado desde 1900, quando Rudolph Diesel desenvolveu o primeiro motor de combustão interna (motor de ciclo diesel), projetado para operar com petróleo cru e óleo de amendoim. No entanto, devido ao baixo custo e à alta disponibilidade do petróleo naquela época, este se tornou o combustível predominantemente por um longo tempo (TREMILIOSI, 2009).

A utilização direta de óleos ou gorduras de origem vegetal ou animal em motores de ciclo diesel é limitada devido às suas propriedades físico-químicas, como alta viscosidade, maior densidade, baixa volatilidade e caráter poli-insaturado. Essas características causam uma série de problemas nos motores, como combustão incompleta, formação de depósitos de carbono nos sistemas de injeção, redução da eficiência de lubrificação, obstrução nos filtros de óleo e emissão de acroleína, uma substância altamente tóxica e cancerígena resultante da combustão térmica do glicerol, entre outros. Diante disso, a conversão desses óleos e gorduras em monoésteres alquílicos, conhecidos como biodiesel, resulta em características físico-químicas

semelhantes às do óleo diesel mineral (SUAREZ et al., 2007; RINALDI et al., 2007; COSTA, 2016).

### 3.2. Biodiesel

Do ponto de vista químico, o biodiesel é composto por ésteres alquílicos derivados de ácidos graxos de cadeia longa, sendo produzido por meio da transesterificação de triacilglicerídeos ou da esterificação de ácidos graxos livres, com álcoois de cadeia curta (geralmente com até cinco carbonos). Diversos óleos comestíveis e não comestíveis podem servir como matéria-prima para esse processo (BARNWAL & SHARMA, 2005).

Atualmente, o biodiesel é classificado em três gerações, de acordo com a origem de suas matérias-primas. A primeira geração é obtida a partir de óleos comestíveis, como soja, palma e girassol. A segunda geração inclui óleos não comestíveis, como jatrofa, nim e jojoba, sendo amplamente estudada devido à sua capacidade de reduzir o impacto sobre a segurança alimentar e minimizar a competição com a produção de alimentos (BRENNAN & OWENDE, 2010). Já a terceira geração utiliza biomassa de microalgas, uma alternativa promissora devido ao seu alto rendimento e menor demanda por terras agrícolas (TARIG et al., 2012).

Cada geração de biodiesel apresenta vantagens e desafios específicos, variando em termos de disponibilidade de matéria-prima, custos de produção e impacto ambiental. A Tabela 1 apresenta uma análise comparativa das principais vantagens e desvantagens desses três tipos de geração de biodiesel.

**Tabela 1. Principais vantagens e desvantagens das três gerações de biodiesel.**

TIPO DE GERAÇÃO DE BIODIESEL	VANTAGENS	DESVANTAGENS
PIMEIRA	Alta produção	Desequilíbrio ecológico
	Biodiesel de qualidade	Desmatamento
	Cultivo local	Necessidade de terra arável
SEGUNDA	Ambientalmente amigável	Maior quantidade de álcool para transesterificar
	Eliminação da concorrência alimentar	Maior viscosidade, a depender da fonte
	Exigência de pouca terra agrícola	Produção desigual conforme a demanda
TERCEIRA	Elevada produtividade	Não disponível em escala global
	Reprodução rápida	Necessita de bastante luz solar

Fonte: Adaptado de TARIG et al., 2012.

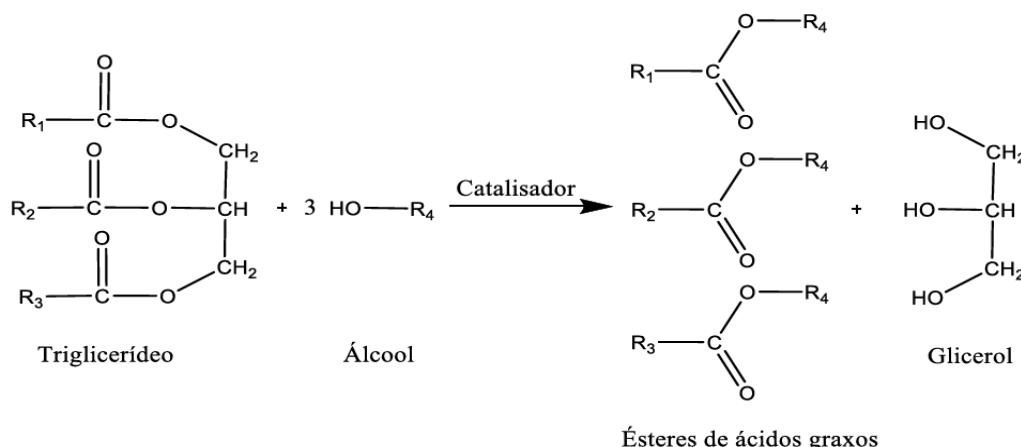
### 3.2.1. Síntese do biodiesel

#### 3.2.1.1. Reação de transesterificação

A obtenção do biodiesel pode ser realizada por diversos processos, destacando-se a esterificação e a transesterificação, sendo esta última a mais utilizada. A reação de transesterificação envolve a conversão de um glicerídeo com um álcool de cadeia curta, como metanol ou etanol, na presença de um catalisador, ácido, alcalino ou enzimático, podendo ser homogêneo ou heterogêneo. Esse processo resulta na formação de uma mistura de ésteres alquílicos de ácidos graxos (biodiesel) e glicerol (coproduto reacional) (Figura 1) (BESSE, 2014; IZIDA et al., 2015).

Dentre os catalisadores, os homogêneos alcalinos são amplamente empregados na indústria devido ao seu baixo custo e alta eficiência na conversão dos ácidos graxos. Na reação, o álcool é usado em excesso, deslocando o equilíbrio no sentido da formação dos ésteres alquílicos (produtos) (ALBUQUERQUE, 2006; DE OLIVEIRA, 2006; GUEBARA, 2016).

Figura 1– Síntese da reação de transesterificação dos ácidos graxos.



Fonte: BESSE, 2014.

### 3.2.2. Catálise Heterogênea

A busca por catalisadores mais eficientes para a transesterificação tem se intensificado, devido as suas condições reacionais, como a utilização de menor temperatura de síntese, além de permitir a recuperação e reutilização do material catalítico. Nesse contexto, os catalisadores heterogêneos tornam-se uma alternativa interessante, pois a etapa de neutralização do catalisador homogêneo ácido ou básico gera um maior volume de resíduos finais neste tipo de processo. O uso de catalisadores sólidos, torna o processo mais sustentável e economicamente viável, uma vez que a

separação dos catalisadores pode ser realizada por filtração, dispensando etapas adicionais de neutralização. Além disso, sua capacidade de reciclagem sem a necessidade de tratamentos químicos adicionais reforça sua aplicabilidade na área da catalise (ARMOR, 1997; CANAKCI; VAN GERPEN, 1999; GUEBARA, 2016).

### **3.3. Resíduo de alumínio**

O alumínio, terceiro elemento químico mais abundante na crosta terrestre, não é encontrado em sua forma metálica na natureza, estando presente apenas na forma de minerais (SILVA, 2023). Sendo o segundo metal mais utilizado no mundo, atrás apenas do ferro, o alumínio possui diversas propriedades físico-químicas interessantes, incluindo baixa densidade (~2,70 g/cm<sup>3</sup>), baixa temperatura de fusão (~933 K), elevada condutividade térmica e elétrica, resistência à corrosão, maleabilidade, leveza e alta capacidade de formação de ligas metálicas. Além disso, é um metal não magnético, impermeável, tornando-se essencial para diversas aplicações industriais, como nos setores aeroespaciais, de construção civil e marítimo. Atualmente, a produção de alumínio ocorre por dois métodos principais: (i) a produção primária, na qual o metal é obtido a partir da alumina extraída do minério de bauxita, e (ii) a produção secundária, que utiliza sucatas e resíduos de alumínio para sua obtenção (SILVA, 2023).

Uma parcela significativa do alumínio reciclado no Brasil é proveniente de embalagens, como latas de refrigerante, cerveja e suco. No entanto, diversos outros produtos de alumínio também podem ser reciclados, incluindo esquadrias, janelas, portas, componentes de eletrodomésticos e resíduos industriais da fabricação de madeira de alumínio. O desenvolvimento de métodos eficientes e economicamente viáveis para reutilizar e reciclar resíduos de alumínio é importante para gerar produtos de alto valor agregado e reduzir passivos ambientais, pois muitos desses materiais são descartados de forma inadequada. Assim, o hidróxido de alumínio produzido a partir de resíduos de alumínio torna-se um produto ambientalmente correto com amplas aplicações, incluindo a produção de hidróxidos duplos lamelares (LDH).

### **3.4. Hidróxido de Alumínio**

O hidróxido de alumínio ( $\text{Al(OH)}_3$ ) é um composto inorgânico que pode ocorrer naturalmente, na forma do mineral gipbsita, ou ser obtido por processos sintéticos. Sua ampla aplicabilidade industrial deve-se às suas propriedades, incluindo baixo custo, facilidade de obtenção e boa processabilidade com termoplásticos (SILVA et al., 2020). Sua produção em escala industrial é realizada a partir do mineral bauxita, por meio do processo Bayer, que é o principal método para a obtenção de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Este

processo envolve a dissolução da bauxita com o hidróxido de sódio para a obtenção de uma solução de aluminato de sódio. Os resíduos sólidos são removidos e o material é então precipitado e, na sequência, ocorre a etapa de separação do gel de hidróxido de alumínio. Posteriormente, é realizada a etapa de lavagem, seguida de secagem para a obtenção o hidróxido de alumínio em pó (LOGINOVA e SHOPPERT, 2014).

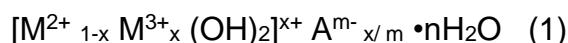
Além disso, o hidróxido de alumínio obtido a partir de resíduos metálicos representa uma alternativa ambientalmente sustentável, contribuindo para a redução do impacto ambiental associado ao descarte inadequado desses materiais. Esse composto apresenta diversas aplicações industriais, dentre elas, a produção de compostos do tipo hidrotalcita (hidróxidos duplos constituídos por magnésio e alumínio) (ZAWRAH et al., 2019).

### **3.5. Hidróxidos Duplos Lamelares**

Os Hidróxidos Duplos Lamelares (HDL) são materiais conhecidos desde o início do século passado, sendo encontrados principalmente em rochas metamórficas, embora também possam ocorrer em depósitos salinos, evidenciando que sua formação não requer necessariamente condições extremas de temperatura e pressão. A primeira síntese desses compostos foi realizada por Feitknecht em 1933, baseado na precipitação controlada de soluções aquosas contendo cátions metálicos com uma solução alcalina. Estruturalmente, os HDLs são formados por camadas octaédricas nas quais cátions metálicos bivalentes e trivalentes são distribuídos. A substituição parcial de cátions bivalentes por trivalentes gera um excesso de carga positiva nas lamelas, que é compensado pela presença de ânions interlamelares, como carbonato e moléculas de água (CARDOSO, 2002).

#### **3.5.1. Estrutura**

As hidrotalcitas são compostas basicamente por lamelas contendo cátions de magnésio e alumínio intercaladas por ânions carbonato, sendo representadas pela formula geral exibida na Equação 1.



Onde:

$M^{2+}$  é um cátion metálico divalente;

$M^{3+}$  é um cátion metálico trivalente;

$A^{m-}$  é um ânion intercalado com carga m-;

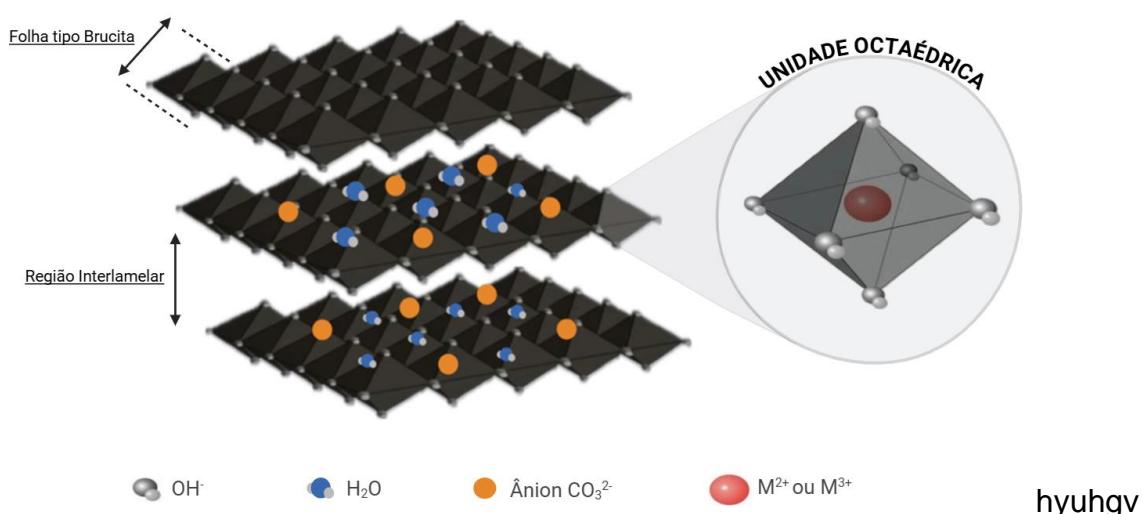
$x$  é a razão dos cátions divalentes e trivalentes;

$n$  é o número de moléculas de água intercaladas.

O HDL tem uma estrutura octaédrica na qual cátions metálicos são acomodados no centro do octaedro de compartilhamento de bordas e, cada cátion ( $M^{2+}$  ou  $M^{3+}$ ) contém seis íons  $OH^-$  que são localizados nos cantos e formam folhas infinitas (BUKHTIYAROVA, 2019; MISHRA et al., 2018). Com o objetivo de estabilizar as lamelas, ânions hidratados que podem ser inorgânicos ou orgânicos, são intercalados na região interlamelar, promovendo um empilhamento das camadas de hidróxido. A Figura 2 representa um esquema estrutural de um HDL e uma unidade octaédrica.

A Figura 2 esquematiza a estrutura de um HDL formado por octaedros cujos espaços centrais são ocupados por cátions divalentes e trivalentes, os vértices por hidroxilos e entre as camadas de octaedros (lamelas) estão alojados ânions e água.

Figura 2 – Estrutura tridimensional de uma hidrotalcita



Fonte: Adaptado de GUEBARA, 2016.

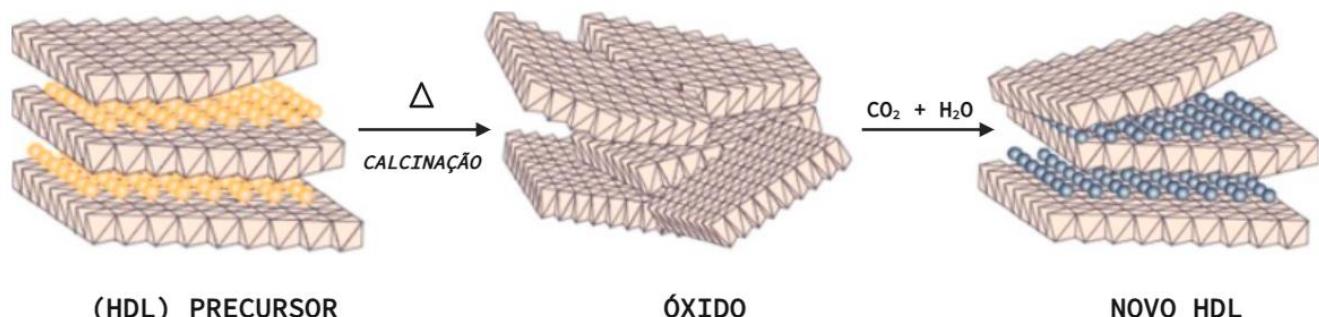
### 3.6. Óxidos Derivados de Hidrotalcitas

A calcinação de materiais do tipo hidrotalcita resulta na formação de óxidos mistos com estrutura desordenada e sem efeito de memória, permitindo a reconstituição da estrutura original sob condições adequadas. Durante a proteção térmica, há liberação de água e dióxido de carbono, sem ocorrer a desaluminação das camadas de brucita, o que preserva a integridade estrutural e promove um aumento substancial da área superficial (CREPALDI; VALIM, 1998).

Os óxidos derivados de hidrotalcitas apresentam sítios catalíticos ácidos e básicos de Lewis em sua estrutura, conferindo-lhes alta reatividade. Além disso, possuem a

capacidade de incorporar água e dióxido de carbono diretamente do ar atmosférico (Figura 3) (CAVANI; TRIFIRÓ; VACCARI, 1991).

Figura 3 – Efeito memória dos óxidos provenientes de hidrotalcitas.



FONTE: Adaptado de SIMONETTI, 2011.

### **3.4.5. Aplicação Catalítica**

Um estudo realizado por Reyna-Villanueva et al. (2019) avaliou a produção de biodiesel utilizando MgAl-HDL e seus e derivados óxidos mistos como catalisadores. HDLs com diferentes razões molares Mg/Al foram sintetizados empregando  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ou  $\text{NH}_3$  como agentes precipitantes. Para a síntese do biodiesel, utilizou-se óleo de girassol, analisando a relação entre as propriedades físico-químicas e texturais dos resultados e sua atividade catalítica. Os resultados indicaram que duas amostras de óxidos mistos, obtidas por calcinação dos HDL a 550°C, exibiram as melhores atividades catalíticas.

## 4. METODOLOGIA

### 4.1. Materiais

Os experimentos foram realizados com a utilização de  $\text{Al(OH)}_3$ , obtido por lixiviação básica de resíduos de alumínio, disponibilizados por uma fábrica de esquadrias de alumínio, localizada em Maceió/AL, Brasil. Os reagentes e solventes utilizados estão apresentados na Tabela 2. Todos os reagentes foram obtidos comercialmente e utilizados como recebidos.

Tabela 2 – Reagentes e Solventes utilizados

REAGENTES/ SOLVENTES	FORMULA MOLECULAR	PUREZA (%)	FORNECEDOR
<b>Acetato de etila</b>	$\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$	> 99,5	Dinâmica
<b>Ácido clorídrico</b>	HCl	> 37,0	Sigma-Aldrich
<b>Etanol</b>	$\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$	> 99,5	Dinâmica
<b>Hidróxido de sódio</b>	NaOH	> 97,0	Sigma-Aldrich
<b>Metanol</b>	$\text{CH}_4\text{O}$	> 99,5	Dinâmica
<b>Nitrato de Magnésio</b>	$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$	-	Sigma-Aldrich

Fonte: AUTORA, 2025.

### 4.2. Resíduo de alumínio

O resíduo de alumínio utilizado para a síntese do HDL foi coletado em uma fábrica de esquadrias de alumínio situada no Município de Maceió – AL. A Figura 4 mostra o resíduo de alumínio fornecido pela fábrica.

Figura 4 – Resíduo de alumínio da fábrica de esquadrias de alumínio.



Fonte: AUTORA, 2025.

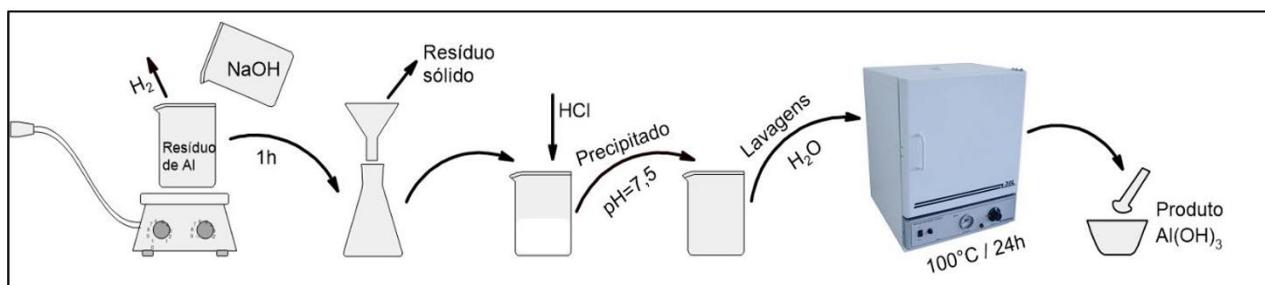
O resíduo de alumínio gerado no processo de fabricação de esquadrias resulta da combinação de pedaços fragmentados de placas de alumínio e pó de policloreto de vinila (PVC), tornando sua reciclagem inviável devido à dificuldade de separação desses materiais. Esse resíduo é atualmente descartado como lixo comum pela empresa. A presença de PVC no material residual deve-se ao corte de placas realizado no mesmo ambiente de produção, contribuindo para a contaminação e a complexidade do reaproveitamento.

#### 4.3. Lixiviação básica do resíduo de alumínio

O processo de lixiviação alcalina foi empregado para a síntese de hidróxido de alumínio ( $\text{Al(OH)}_3$ ) a partir de resíduos de alumínio. Para isso, 10 g do resíduo de alumínio foram dissolvidos em 100 mL de uma solução de hidróxido de sódio ( $\text{NaOH}$ ) a 2,0 mol  $\text{L}^{-1}$ . Devido à liberação de gás hidrogênio ( $\text{H}_2$ ), especialmente durante a agitação do sistema, o procedimento foi realizado em ambiente ventilado para garantir a dissolução completa.

Após a dissolução completa, a solução resultante foi submetida a um processo de filtração para remoção de impurezas sólidas. Em seguida, o ácido clorídrico ( $\text{HCl}$ ) foi adicionado ao filtrado até a neutralização do meio, alcançando o pH 7,5. O precipitado de  $\text{Al(OH)}_3$  foi lavado com água deionizada e submetido a um processo de secagem à 100°C por 24 h. Por fim, o material sólido seco foi macerado até a obtenção de um pó fino (FERNANDES et al., 2021; ZAWRAH et al., 2019). A Figura 5 ilustra o esquema do processo de lixiviação básica para a obtenção de  $\text{Al(OH)}_3$ .

Figura 5 – Processo de lixiviação básica.



Fonte: SILVA, 2023.

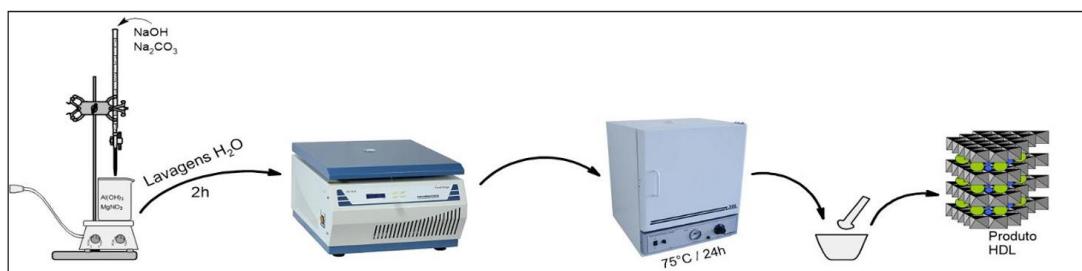
#### 4.4. Síntese dos precursores dos óxidos catalíticos

##### 4.4.1. Método de co-precipitação

Inicialmente, 0,075 mol de nitrato de magnésio foi dissolvido em 100 mL de água deionizada. Em seguida, 0,025 mol de hidróxido de alumínio em pó foi adicionado à solução de nitrato de magnésio, formando a solução X. Paralelamente, em outro

recipiente, 0,2 mol de hidróxido de sódio e 0,05 mol de carbonato de sódio foram dissolvidos em 100 mL de água deionizada para formar a solução Y. Posteriormente, a solução Y foi adicionada de forma cuidadosa à suspensão X sob vigorosa agitação, garantindo a homogeneização do sistema (ZAWRAH et al., 2019). Após aproximadamente 2 horas, o material obtido foi então submetido a um processo de centrifugação e, posteriormente, a um processo de secagem em estufa a 75°C por 24 horas. Após a secagem completa, o material foi macerado até a obtenção de um pó fino. A Figura 6 apresenta o esquema do método de co-precipitação.

Figura 6– Esquema do método de co-precipitação.

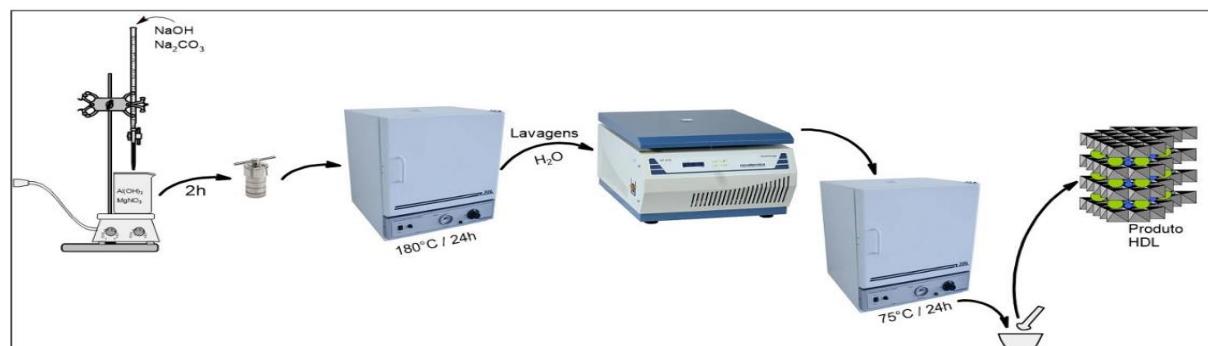


Fonte: SILVA,2023.

#### 4.3.2 Método de co-precipitação e tratamento hidrotérmico

Inicialmente, a descrição do método de co-precipitação e tratamento hidrotérmico seguiu o mesmo procedimento descrito no item 4.3.1. Após a etapa da mistura das soluções X e Y, o material resultante foi inserido em uma autoclave e colocado em um tratamento hidrotérmico em estufa a 180°C por 24 horas. Em seguida, o material obtido foi lavado repetidamente com água deionizada e submetido a um processo de centrifugação. Posteriormente, o sólido foi seco em estufa a 75 °C por 24 horas. Após a secagem completa, o material foi macerado até a obtenção de um pó fino (ZAWRAH et al., 2019). A Figura 7 apresenta o esquema do método de co-precipitação seguido por um tratamento hidrotérmico.

Figura 7 – Esquema do método de co-precipitação seguido por um tratamento hidrotérmico.



Fonte: SILVA,2023.

## **4.5. Síntese dos catalisadores**

Para a obtenção dos óxidos mistos derivados do HDL Mg/Al de co-precipitação e de tratamento hidrotérmico foram calcinados a 550°C em uma rampa de 16°C/min, permanecendo nesta temperatura por 180 min. Na sequência, os materiais foram retirados ainda aquecidos da mufla, aproximadamente 250°C, e armazenados em dessecador à atmosfera inerte. A temperatura de calcinação foi determinada a partir dos resultados de análise termogravimétrica dos HDL.

## **4.6. Caracterização dos óxidos mistos**

### **4.6.1. Análise termogravimétrica (TGA)**

A análise termogravimétrica foi realizada para determinação da degradação térmica, utilizando o analisador térmico SDT 650 da TA Instruments. A degradação térmica foi conduzida em um módulo termogravimétrico com taxa de aquecimento de 10°C min<sup>-1</sup> em uma atmosfera de nitrogênio. A amostra foi aquecida de 30°C a 900°C (KULJIRASETH et al., 2019).

### **4.6.2. Área Superficial Específica e distribuições do diâmetro de poros pelo método de BJH**

Os óxidos analisados foram previamente desgaseificados a 100°C sob vácuo por 12 horas. A caracterização foi realizada por isotermas de adsorção-dessorção de N<sub>2</sub> obtidas na temperatura do nitrogênio líquido, utilizando um analisador automático de fisissorção (Nova 2200e, Quantachrome Instruments). As áreas superficiais específicas foram determinadas pelo método Brunauer-Emmett-Teller (BET), enquanto as distribuições de diâmetro médio dos poros foram calculadas pelo método Barrett-Joyner-Halenda (BJH).

### **4.6.3. Difração de raios-X (DRX)**

A difratometria de raios-X, conduzida em equipamento marca Shimadzu modelo XRD-7000, tem como objetivo a determinação da estrutura cristalina e das propriedades estruturais dos materiais lamelares. As medidas de difração de raios-X foram obtidas pelo método de pó, sendo a faixa de varredura ( $2\theta$ ) de 5 – 70° com variação de 2° min<sup>-1</sup>.

O tamanho do cristal dos óxidos, foram estimados usando os dados de raios X pela equação de Scherrer (Equação 2):

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2)$$

Onde:

D = tamanho da partícula (nm);

K = constante de Sherrer. Para ausência de informação do cristal, K = 0,91;

$\lambda$  = comprimento de onda da radiação utilizada. Para o cobre,  $\lambda = 0,154059$  nm;

$\beta$  = largura a meia altura (FWHM) do pico de difração (radiano);

$\theta$  = ângulo de Bragg determinado pelo pico da amostra (radiano).

#### 4.6.4. Espectroscopia de absorção no infravermelho (FTIR)

Para a verificação dos grupos funcionais dos materiais foi realizada a análise de espectroscopia de absorção no infravermelho (FTIR). As análises foram efetuadas em um espectrofotômetro FTIR do modelo IRSpirit da Shimadzu, com acessório de Refletância Total Atenuada (ATR) e os espectros foram obtidos na faixa de número de onda entre 4000 e 400  $\text{cm}^{-1}$ .

#### 4.6.5. Microscopia eletrônica de transmissão (MET)

A análise dos óxidos por microscopia eletrônica de transmissão foram realizadas no Laboratório de microscopia eletrônica de transmissão (LABMET) da Universidade Federal de Alagoas. As imagens foram obtidas para avaliar a morfologia das partículas, enquanto o mapeamento por espectroscopia de dispersão de energia (EDS) foi utilizado para identificar a composição do material.

#### 4.6.6. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

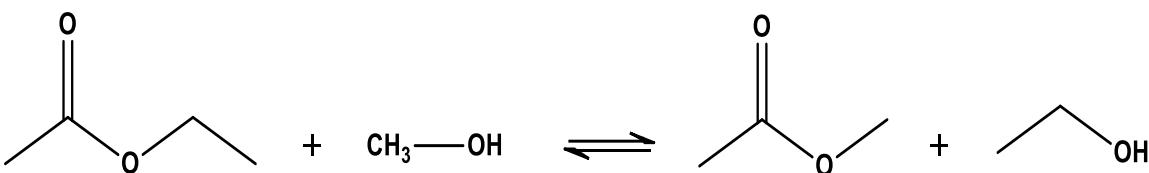
A análise por microscopia eletrônica de varredura foi realizada no PGMTR da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE). As imagens foram obtidas para avaliar a morfologia das partículas dos óxidos Mg-Al-O<sub>HDL-CP</sub> e Mg-Al-O<sub>HDL-H</sub>.

### 4.7. Reação de transesterificação

#### 4.7.1. Testes catalíticos

A atividade dos catalisadores foi avaliada por meio da reação modelo de transesterificação entre acetato de etila e metanol, conforme Figura 8.

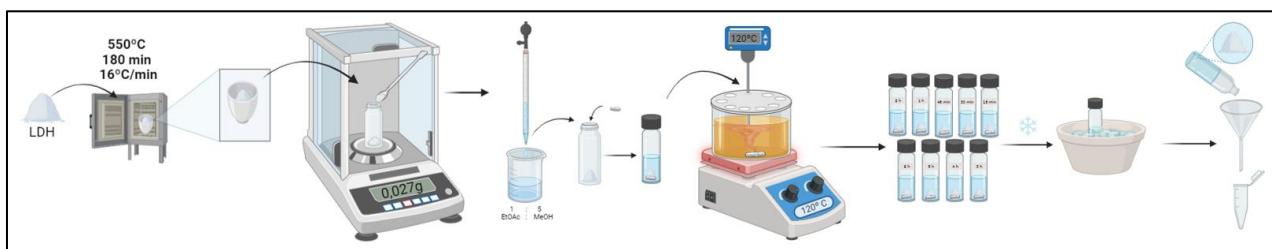
Figura 8 - Reação de transesterificação entre acetato de metila e etanol



Fonte: AUTORA, 2025.

Os catalisadores, óxidos mistos (Mg-Al-O<sub>HDL</sub>-CP e Mg-Al-O<sub>HDL</sub>-H), foram testados na reação de transesterificação utilizando como razão molar 1:5:0,005 (acetato de etila:metanol:catalisador), em tempos reacionais que variaram de 15 a 360 minutos e conduzidas a uma temperatura controlada de 120°C. Os experimentos foram realizados em micro reatores de vidro, imersos em banho de óleo com agitação magnética de 1000rpm. Ao final, cada mistura reacional foi filtrada para retirada do catalisador e recuperação do sobrenadante para análise utilizando a técnica analítica de cromatografia gasosa com o detector de ionização em chama (CG-FID), como ilustrada na Figura 9.

Figura 9 – Esquema do ensaio catalítico em reação de transesterificação.



Fonte: AURORA, 2025.

#### 4.7.2. Determinação da conversão do acetato de etila por cromatografia gasosa

Os sobrenadantes obtidos das reações de transesterificação foram analisados por cromatografia gasosa (CG) usando um sistema cromatógrafo GC-2010 (SHIMADZU) equipado com um injetor split/splitless operando a 150°C e uma razão de divisão de 100:1. Um volume de amostra de 1 µL foi injetado. Foi utilizada uma coluna capilar Rtx-1 (Restek), medindo 30 m de comprimento, 0,32 mm de diâmetro interno e com uma espessura de filme de 3 µm. A temperatura da coluna foi ajustada em 50°C em isotermia de 12 minutos, com detector de ionização de chama (FID) operando a 150°C foi empregado. Hidrogênio de alta pureza (99,95%) foi usado como gás de arraste.

A conversão de acetato de etila em acetato de metila ( $X_{AE}$ ) foi calculada de acordo com a Equação 3 (MARCINIUK et al., 2014).

$$X_{AE} = \frac{\frac{A_{AM}}{MM_{AM}}}{\left[ \left( \frac{A_{AE}}{MM_{AE}} \right) + \left( \frac{A_{AM}}{MM_{AM}} \right) \right]} \quad (3)$$

Onde:

$A_{AM}$  = Área do pico referente ao acetato de metila;

$A_{AE}$  = Área do pico referente ao acetato de etila;

$MM_{AM}$  = Massa molar referente ao acetato de metila;

$MM_{AE}$  = Massa molar referente ao acetato de etila;

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

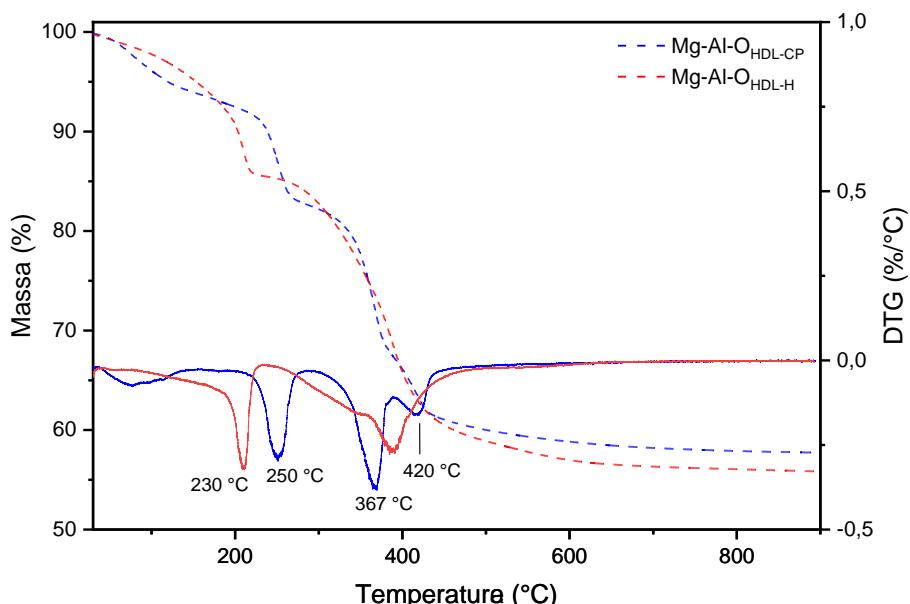
Catalisadores sólidos com sítios básicos, como os utilizados no presente estudo, são suscetíveis ao envenenamento por  $\text{CO}_2$  e  $\text{H}_2\text{O}$  do ar, devido à sua interação com esses sítios, podendo alterar a estrutura ou reduzir a atividade catalítica. Assim, a preparação das amostras para caracterização deve ser rigorosa para garantir a representatividade do material (ALMERINDO et al., 2011).

### 5.1. Análise termogravimétrica (TGA)

A Figura 10 apresenta as curvas termogravimétricas (TGA) e suas derivadas (DTG) para os precursores HDL, evidenciando perfis de perda de massa características desses materiais. As faixas de decomposição podem variar conforme a natureza do ânion interlamelar, dos cátions, suas proporções e a cristalinidade do material (SILVA, 2023). A análise das curvas DTG permitiu identificar determinadas etapas de perda de massa. A primeira, abaixo de 120°C, foi atribuída à perda de água adsorvida e/ou à remoção de grupos hidroxila de superfície. A segunda, que ocorre até o próximo ponto de inflexão (aproximadamente 210°C para HDL-CP e 230°C para HDL-H), corresponde à eliminação de água interlamelar.

A desidroxilação das lamelas e a perda do ânion interlamelar (carbonato) foram observadas em torno de 370°C e 420°C, respectivamente, levando ao colapso estrutural do HDL e à formação dos óxidos de decomposição térmica do magnésio ( $\text{MgO}$ ) e espinélio de alumínio e magnésio ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ).

Figura 10 – Curvas termogravimétrica e análise térmica diferencial para os catalisadores Mg-Al-O HDL-CP e Mg-Al-O HDL-H.

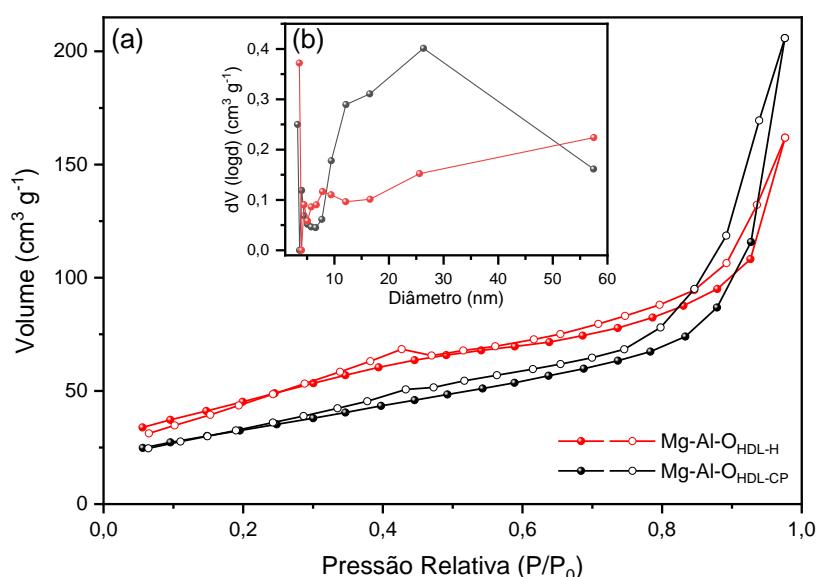


Fonte: AUTORA, 2025.

## 5.2. Área superficial específica e distribuição de poros pelo método BJH

As isotermas de adsorção-dessorção de N<sub>2</sub> e as propriedades texturais podem ser vistas na Figura 11 e na Tabela 3. De acordo com a classificação da IUPAC, as isotermas são do tipo IV, revelando natureza mesoporosa. Existe um loop do tipo H3, característico de estruturas compostas por agregados não rígidos de partículas em forma de placa (THOMMES et al., 2015; BARAKA et al., 2021). As amostras exibem uma distribuição bimodal e ampla de poros (Figura 3b), com poros predominantemente em torno de 32 nm, confirmando sua mesoporosidade.

Figura 11 – Isotermas de adsorção de nitrogênio e distribuições de diâmetro de poros dos catalisadores Mg-Al-O HDL-CP e Mg-Al-O HDL-H.



Fonte: AURORA, 2025.

Os valores de área de superfície específica, 118,5 e 167,4 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup> para Mg-Al-O<sub>HDL-CP</sub> e Mg-Al-O<sub>HDL-H</sub>, respectivamente (Tabela 3), indicam que o precursor de HDL obtido por co-precipitação seguida de tratamento hidrotérmico apresenta uma maior área superficial para o óxido correspondente (Mg-Al-O<sub>HDL-H</sub>). Além disso, esses valores estão de acordo com estudos anteriores sobre óxidos mistos com proporções semelhantes de Al e Mg (CORMA, et al., 1994).

Tabela 3 – Propriedades texturais e estruturais dos óxidos mistos Mg-Al-O<sub>HDL-CP</sub> e Mg-Al-O<sub>HDL-H</sub>.

AMOSTRA	APOSTE $\mu\text{m}$ (m <sub>2</sub> g <sup>-1</sup> )	V <sup>b</sup> (cm <sub>3</sub> g <sup>-1</sup> )	D <sub>BJH</sub> <sup>c</sup> (nm)
Mg-Al-O <sub>LDH-CP</sub>	118,5	0,290	32,7
Mg-Al-O <sub>LDH-H</sub>	167,4	0,192	32,6

<sup>a</sup>S<sub>BET</sub>, área de superfície específica BET; <sup>b</sup>V, volume de poros; <sup>c</sup>D<sub>BJH</sub>, diâmetro de poros. As áreas de superfície específicas, volumes totais de poros e diâmetros de poros foram calculados pelas equações BET

e BJH.

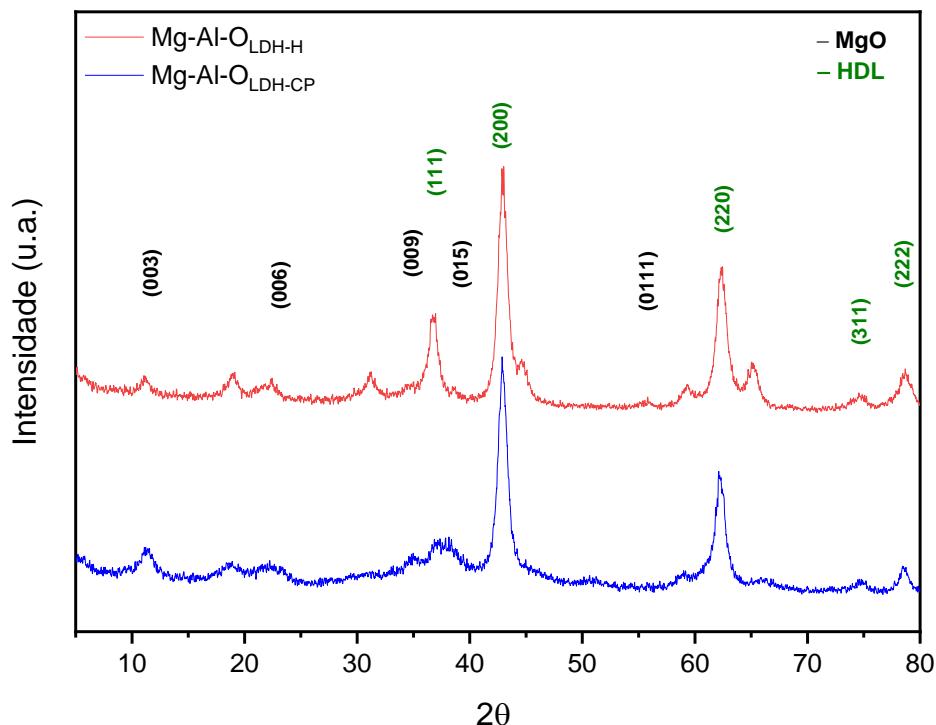
Fonte: AURORA, 2025.

### 5.3. Difração de raios-X

A Figura 12 apresenta os difratogramas de raios X dos catalisadores Mg-Al-O<sub>HDL-CP</sub> e Mg-Al-O<sub>HDL-H</sub>, evidenciando picos de difração em  $2\theta = 36,95^\circ, 42,91^\circ, 62,31^\circ, 74,68^\circ$  e  $78,61^\circ$ , atribuídos aos planos cristalográficos (111), (200), (220), (311) e (222) da estrutura cúbica do óxido de magnésio (MgO) com grupo espacial Fm-3m (225) (JCPDS No. 04-0829). A amostra Mg-Al-O<sub>HDL-H</sub> apresentou um aspecto mais cristalino, indicado pelo estreitamento dos picos de difração em comparação com Mg-Al-O<sub>HDL-CP</sub>, o que pode ser atribuído às diferenças nos métodos de preparação e às proporções de Al e Mg (CORMA, et al., 1994; HADIA, et al., 2015).

A ausência de sinais de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pode ser explicada pelo baixo teor de alumínio na composição dos materiais (SILVA, 2023; CORMA, et al., 1994). Além disso, ambas as amostras exibiram picos discretos em  $2\theta = 11,50^\circ, 22,90^\circ, 34,74^\circ, 39,13^\circ$  e  $55,66^\circ$ , correspondentes ao precursor HDL (JCPDS No. 00-014-0191). No entanto, a intensidade desses picos foi significativamente reduzida em relação ao precursor, proporcionando uma esfoliação quase completa das camadas de HDL. Isso indica perda da organização laminar, embora uma estrutura residual ainda esteja parcialmente preservada em Mg-Al-O<sub>HDL-CP</sub>.

Figura 12 – Padrões de DRX de Mg-Al-O<sub>HDL-CP</sub> e Mg-Al-O<sub>HDL-H</sub>.

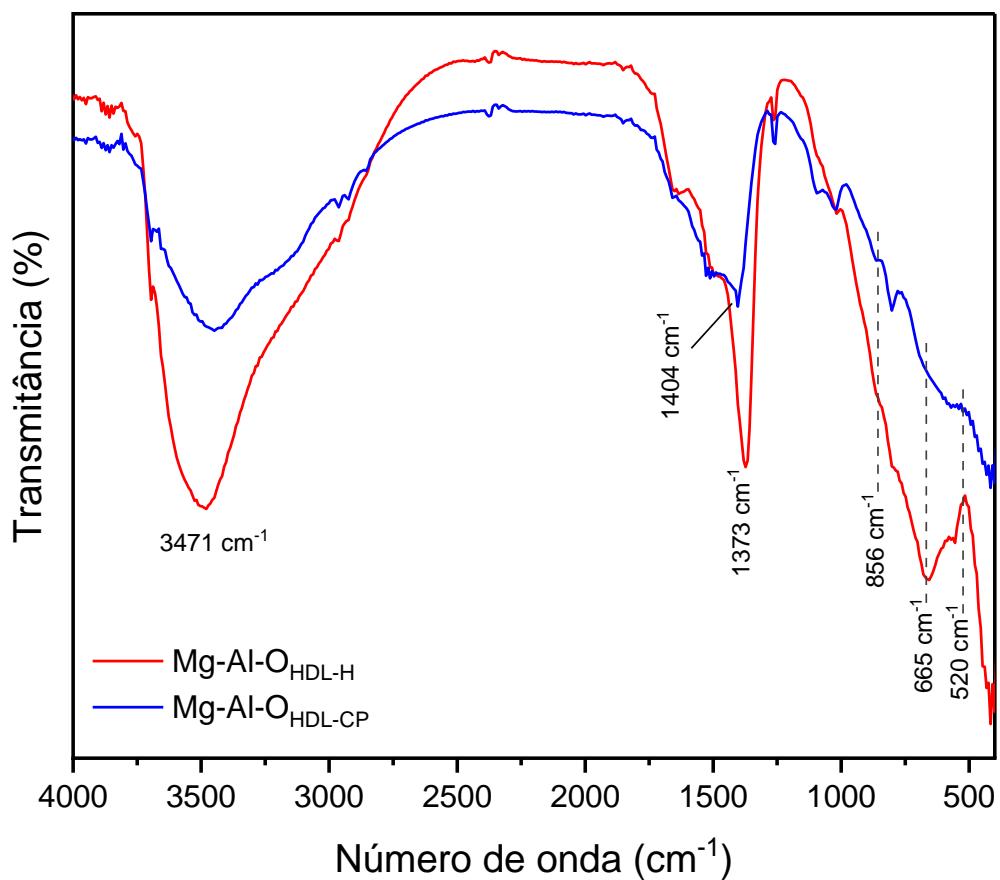


Fonte: AUTORA, 2025.

#### 5.4. Espectroscopia de absorção no infravermelho (FTIR)

A Figura 13 apresenta os espectros de absorção na região do infravermelho (FTIR) dos óxidos mistos, que indicam a presença de uma banda larga e intensa em  $3471\text{ cm}^{-1}$ , atribuída à vibração de alongamento de grupos –OH, associada à presença de moléculas de  $\text{H}_2\text{O}$  adsorvidas ou grupos –OH. As bandas em  $1104$  e  $1373\text{ cm}^{-1}$  estão relacionadas à vibração de alongamentos de moléculas de  $\text{CO}_2$  adsorvidas. As bandas em  $856$ ,  $665$  e  $520\text{ cm}^{-1}$  envolvem os modos de vibração das ligações Al-O, Mg-O e Mg(Al)O, respectivamente. Os espectros de FTIR tanto do  $\text{Mg-Al-O}_{\text{HDL-CP}}$  quanto do  $\text{Mg-Al-O}_{\text{HDL-H}}$  não apresentaram bandas características dos grupos funcionais dos precursores de HDL, confirmando sua conversão em óxidos mistos (SILVA, 2023).

Figura 13 – Espectros de FTIR de  $\text{Mg-Al-O}_{\text{HDL-CP}}$  e  $\text{Mg-Al-O}_{\text{HDL-H}}$ .

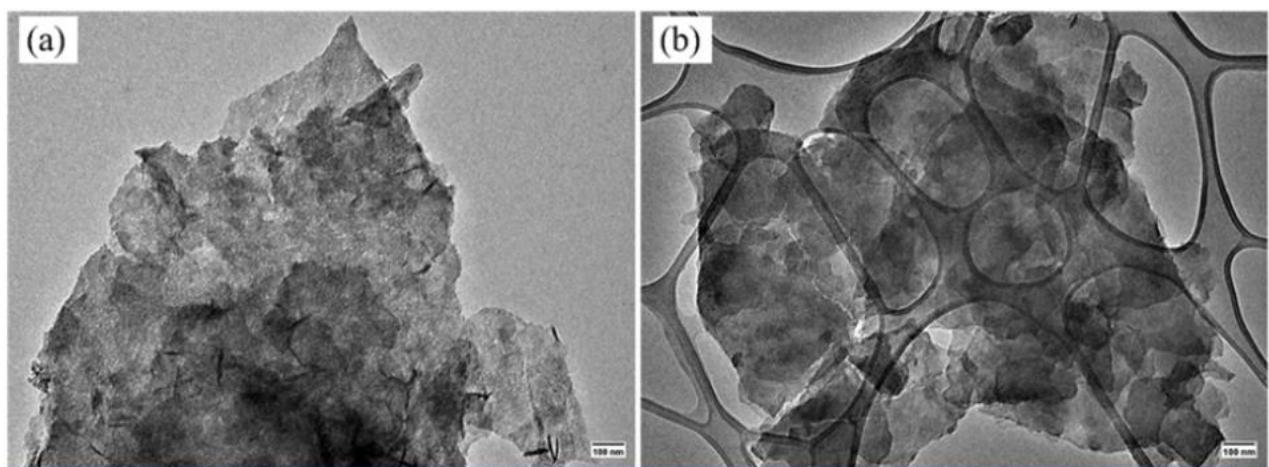


Fonte: AURORA, 2025.

#### 5.5. Microscopia eletrônica de transmissão (TEM)

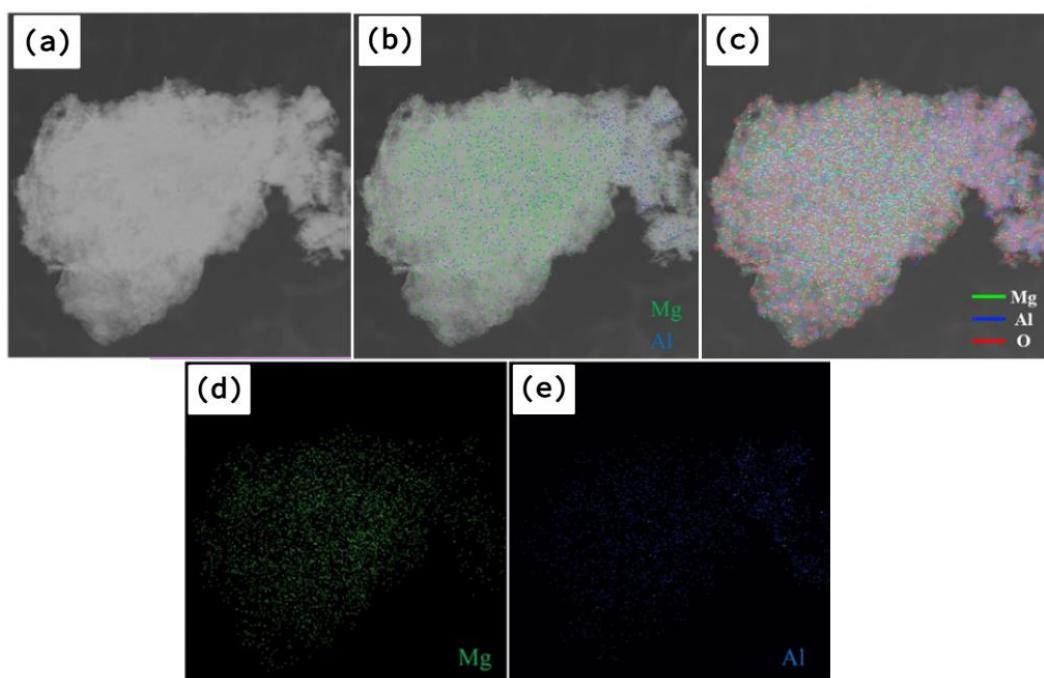
Os resultados da microscopia eletrônica de transmissão (TEM) fornecem informações detalhadas sobre a estrutura, morfologia e composição do  $\text{Mg-Al-O}_{\text{HDL-CP}}$  (Figura 14). A estruturada em forma de placa foi confirmada (Figura 14a), enquanto o mapeamento EDS evidenciou a presença de Mg e Al (Figuras 15d e 15e), demonstrando sua distribuição distribuída em toda a amostra (Figura 15).

Figura 14 – Imagens de microscopia eletrônica de transmissão (MET): (a) Mg-Al-O<sub>HDL</sub>-CP e (b) Mg-Al-O<sub>HDL</sub>-H.



Fonte: AUTORA, 2025.

Figura 15 – Microscópio Eletrônico de Transmissão de Varredura (STEM) imagens do Mg-Al-O<sub>LDH</sub>-CP

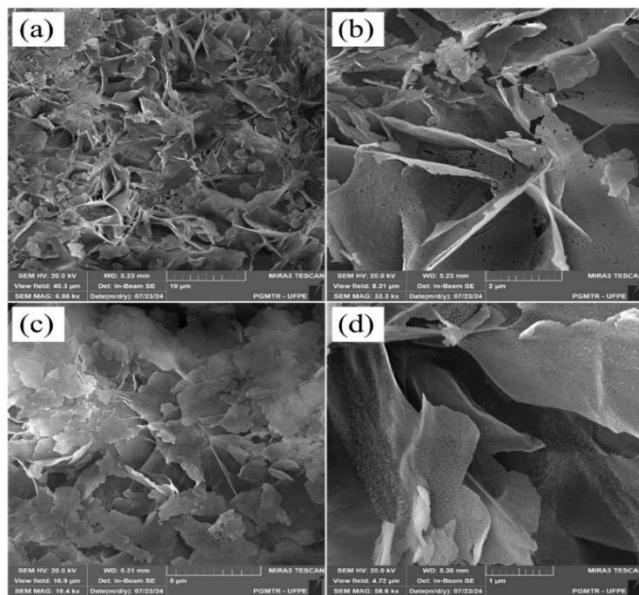


Fonte: AUTORA, 2025.

### 5.6. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As imagens obtidas por MEV (Figura 16) confirmam uma morfologia baseada em agregados com a forma de placas de tamanhos variados. Nas imagens (b) e (d), é possível observar a presença de placas menos densas e dispersas, com diferentes orientações, indicando a desordem estrutural dos HDL precursores, o que corrobora os dados de DRX e de fisssorção de N<sub>2</sub>.

Figura 16: Imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV): (ab) Mg-Al-O<sub>HDL</sub>-CP e (cd) Mg-Al-O<sub>HDL</sub>-H.

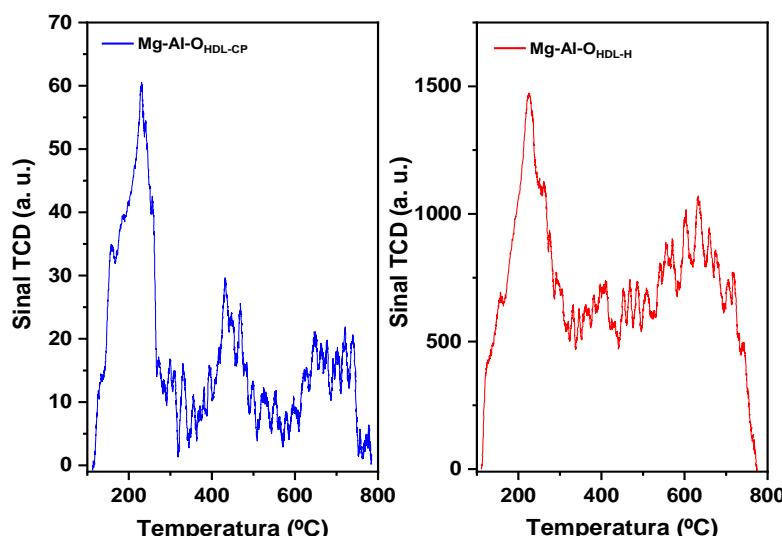


Fonte: AUTORA, 2025.

### 5.7. Análise de dessorção por temperatura programada (TPD)

Além disso, a força e a quantidade total de sítios básicos foram determinadas pela técnica de CO<sub>2</sub>-TPD (Figura 17). Os resultados de TPD revelaram que os catalisadores de óxido misto exibiram características que confirmam a presença de sítios básicos e os picos de dessorção significativos ocorrem em torno de 250–500°C e 100-250°C representando sítios básicos moderados e fracos, respectivamente, e nenhum pico relacionado às espécies O<sup>2-</sup>, HCO<sup>3-</sup> ou CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> pode ser detectado (MULYATUN et. al, 2024; JIANG, 2014). A quantidade de 147 e 227 μmol g<sup>-1</sup> foram encontrados para Mg-Al-O<sub>HDL</sub>-CP e Mg-Al-O<sub>HDL</sub>-H, respectivamente, mostrando que Mg-Al-O<sub>HDL</sub>-H é mais básico.

Figura 17: CO<sub>2</sub> -TPD de Mg-Al-O HDL-CP e Mg-Al-O HDL-H.

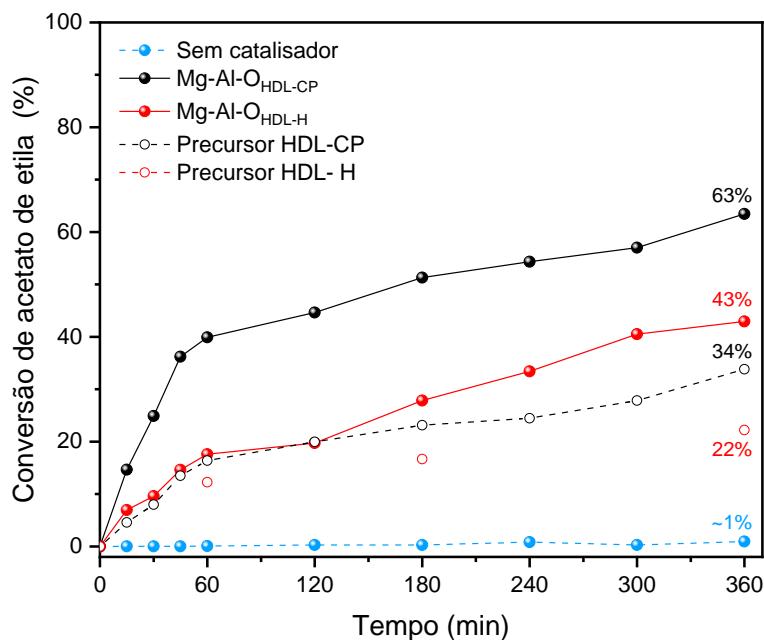


Fonte: AUTORA, 2025.

## 5.8. Determinação da conversão catalítica do acetato de etila

A capacidade de modular as propriedades e características dos óxidos mistos é fundamental para ampliar a sua aplicabilidade em diversas plataformas de biorrefinaria. Para avaliar a atividade catalítica desses materiais, foram realizados testes de transesterificação do acetato de etila com metanol como agente de alcoólise. A Figura 18 apresenta os resultados obtidos com Mg-Al-O<sub>HDL</sub>-CP e Mg-Al-O<sub>HDL</sub>-H, bem como o experimento de controle conduzido sem catalisador. Além disso, reações também foram realizadas usando os precursores LDH-CP e LDH-H, para comparar o desempenho dos materiais.

Figura 18: Conversão de acetato de etila (%) na presença de Mg-Al-O<sub>HDL</sub>-CP, Mg-Al-O<sub>HDL</sub>-H, LDH-CP, LDH-H e sem o uso de catalisador, na razão molar 1:5:0,005 (AE:MeOH:cat), até 360 min a 120°C e 1000 rpm.



Fonte: AUTORA, 2025.

Os resultados confirmam que, a reação de transesterificação ocorre apenas na presença de um catalisador. Os catalisadores apresentaram atividade catalítica, e a conversão total de acetato de etila foi, aos 360 min, de 63% e 43% para os catalisadores Mg-Al-O<sub>HDL</sub>-CP e Mg-Al-O<sub>HDL</sub>-H, respectivamente. As constantes de velocidade aparente ( $K_{ap}$ ) foram estimadas, considerando a transesterificação como uma reação de pseudo-primeira ordem, em função do excesso de MeOH utilizado. Elas foram calculadas considerando o controle cinético da reação entre 0 e 45 min e confirmaram a tendência

observada, com valores de 0,0098 ( $r^2 = 0,9979$ ) e 0,0034 ( $r^2 = 0,9763$ )  $\text{min}^{-1}$  para Mg-Al-O<sub>HDL</sub>-CP e Mg-Al-O<sub>HDL</sub>-H, respectivamente.

A melhor atividade exibida pelos óxidos em relação aos precursores de LDH pode estar relacionada à sua maior área superficial, além da presença de sítios básicos e ácidos, como discutido anteriormente. Ademais, a atividade superior observada com o uso do catalisador Mg-Al-O<sub>LDH</sub>-CP, em comparação com o Mg-Al-O<sub>LDH</sub>-H, pode ser justificada pelo fato de este ser o sistema com maior acidez e menor basicidade, mostrando que a acidez desempenha um papel muito relevante neste tipo de reação. No entanto, deve-se ressaltar que, no caso dos catalisadores básicos, o envenenamento dos sítios pode acontecer, como já mencionado, levando-os a se desativarem durante o processo de reação (ALMERINDO et al., 2011).

## **6. CONCLUSÃO**

Os métodos de coprecipitação e coprecipitação seguidos de tratamento hidrotérmico demonstraram ser eficazes na obtenção de óxidos derivados de hidróxidos duplos lamelares (HDL). A estrutura dos materiais foi confirmada por difratometria de raios X, evidenciando a formação de óxidos mistos após a calcinação dos materiais sintetizados, Mg-Al-O<sub>HDL-CP</sub> e Mg-Al-O<sub>HDL-H</sub>, como evidenciado pela presença de apenas pequenos sinais relacionados aos HDL. Entre os catalisadores testados, o Mg-Al-O<sub>HDL-CP</sub> demonstrou a maior atividade na reação de transesterificação, alcançando uma conversão de 63% de acetato de etila em 360 minutos. Esse desempenho pode ser atribuído à sua maior acidez e menor basicidade. No entanto, a presença de sítios básicos nos materiais pode levar ao envenenamento, resultando em sua desativação durante o processo de reação. Como uma abordagem prospectiva, estudos estão sendo conduzidos sobre o uso de outros tipos de óxidos derivados de materiais residuais. A utilização de resíduos para produzir catalisadores contribui no desenvolvimento de processos mais sustentáveis, particularmente no âmbito das biorrefinarias.

## 7. REFERÊNCIAS

ABRELPE – Associação Brasileira de Empresas de Limpeza Pública e Resíduos Especiais. Panorama dos Resíduos Sólidos no Brasil. 2020. Disponível em: <<https://abrelpe.org.br/>>. Acesso em: 05 fev. 2025.

ALBUQUEQUER, G. A. Obtenção e Caracterização Físico-química do Biodiesel de Canola (*Brassica napus*). João Pessoa, Programa de Pós-graduação em Química da Universidade Federal da Paraíba (UFPB), 2006. Dissertação de Mestrado.

ALMEIDA, A. A. Desenvolvimento de nanopartículas de hidróxidos duplos lamelares (HDL) de Mg e Al intercalados com ânions carbonato para aplicação em materiais cimentícios. 2019, 103f. Dissertação (Mestrado em Química), Universidade Estadual Paulista, Araraquara, São Paulo, 2019.

ALMERINDO, G.I.; PROBST, L.F.D.; CAMPOS, C.E.M.; DE ALMEIDA, R.M.; MENEGHETTI, S.M.P.; MENEGHETTI, M.R.; CLACENS, J.M.; FAJARDO, H.V. Óxido de magnésio preparado via método de complexação metal-quitosana: aplicação como catalisador para transesterificação de óleo de soja e estudos de desativação de catalisadores. *J. Power Sources*, vol.196, p. 8057–8063, 2011.

ARMOR, J.N. Catalytic solutions to reduce pollutants. *Catalysis Today*, v.38, p. 163-167, 1997.

BARAKA, S.; CANER, L.; Desempenhos catalíticos de minerais de argila naturais contendo Ni para produção de gás de síntese a partir da reforma a seco de metano. *J. CO 2 Util.* p. 52, 2021.

BARNWAL, B. K.; SHARMA, M. P. Prospects of biodiesel production from vegetable oils in India. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 9, p. 363-378, 2005.

BESSE, M. Preparação de Soluções Sólidas Superficiais à Base de Alumina como Catalisadores para a Síntese do Biodiesel Via Rota Etílica. São José do Rio Preto, Programa de Pós-graduação em Química da Universidade Estadual Paulista (UNESP), 2014. Dissertação de Mestrado.

BRENNAN, L.; OWENDE, P. Biofuels from microalgae-A review of technologies for production, processing, and extractions of biofuels and co-products. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 14, p. 557-577, 2010.

BUKHTIYAROVA, M. V. A review on effect of synthesis conditions on the formation of layered double hydroxides. *Journal of Solid State Chemistry*, vol. 269, p. 494-506, 2019.

CANAKCI, M., VAN GERPEN, J. Biodiesel Production Via Acid Catalysis. Published by the American Society of Agricultural and Biological Engineers, 42, 1203-1210, 1999.

CARDOSO, L. P. Estudo da remoção de compostos orgânicos derivados da produção de poliéster presentes em efluentes industriais, por meio de sorção em hidróxidos duplos lamelares do sistema Mg-Al-CO<sub>3</sub>. Ribeirão Preto, FFCL, (USP), 2002. Dissertação de Mestrado.

CASTANHEIRA, É. G. et al. Environmental sustainability of biodiesel in Brazil. *Energy Policy*, v.65, p.680-691, 2014.

CHAGAS, L. H.; FARIA, S. B. P.; LEITÃO, A. A.; DINIZ, R.; CHIARO, S. S. X.; SPEZIALI, N. L.; ABREU, H. A.; MUSSEL, W. N. Comparação estrutural entre amostras de materiais tipo hidrotalcita obtidas a partir de diferentes rotas de síntese. *Química Nova*, v. 35, n. 6, p. 1112-1117. 2012.

CORDEIRO, C. S.; SILVA, F. R; WYPYCH, F; RAMOS, L, P;. Catalisadores

heterogêneos para a produção de monoésteres graxos (biodiesel). *Quím.Nova*, 34, 477-486,2011.

CORMA, A.; IBORRA, S.; PRIMO, J.; REY, F. Síntese em uma etapa de citronitrila em catalisadores de base derivados de hidrotalcita. *Português A Gen*, vol. 114, p. 215-225, 1994.

COSTA, J. P. V. S. Desenvolvimento de catalisadores heterogêneos, à base de complexos de estanho(IV) ancorados em sílica, para produção de ésteres alquílicos. Tese de doutorado em Química e Biotecnologia. Universidade Federal de Alagoas, Maceió, 2016.

CREPALDI, E. L.; VALIM, J. B. Hidróxidos Duplos Lamelares: Síntese, Estrutura, Propriedades e Aplicações. *Química Nova*, v. 21, n. 3, p. 300-311, 1998.

DE OLIVEIRA, E. et al. Heats of combustion of biofuels obtained by pyrolysis and by transesterification and of biofuel/diesel blends. *Thermochimica Acta*, v. 450, n. 1, p. 87-90, 2006.

DUAN, X.; EVANS, G. Structure and Bonding – Layered Double Hydroxides. Springer, Berlim, Heidelberg, 2006.

GAMA P.E. ; LACHTERA E. R.; GILA R. A. S. S.; COELHO A. V.; SIDIA I. A.; POUBELA R. L.; JUNIOR A. DA C. F.; SOUZA A. L. F. (2015) Caracterizaçāoce atividade catalítica de K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> na trasesterificação do óleo de girassol com aquecimento convencional e micro-ondas. *Química Nova*, 38 – 2, 185-190. 2015.

GUEBARA, P. F., Óxidos derivados de hidromagesita e Hidrotalcitas modificadas como catalisadores heterogêneos na síntese de biodiesel etílico. Dissertação de Mestrado. UNESP de São José do Rio Preto, SP, 2016.

HADIA, N.M.A.; MOHAMED, H.A.H. Características e propriedades ópticas de nanofios de MgO sintetizados pelo método solvotérmico. *Mater. Sci. Semicond. Processo*, vol. 29, p. 238–244, 2015.

IZIDA, T.; BUSSLER, L.; SILVA, J. R.; ANDRADE, L. H. C.; SIMIONATTO, E.; SIMIONATTO, E. L.; SCHARF, D. R.; LIMA, S. M. On-line in situ monitoring of the soybean oil and etanol transesterification reaction by fluorescence spectroscopy. *Fuel*, v. 145, p. 109-115, 2015.

JIANG, W.; Preparação de catalisadores de base sólida KF-La<sub>2</sub>O<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> e suas excelentes atividades catalíticas para transesterificação de tributirina com metanol. *Catal. Ciência. Tecnologia*, v. 4, n. 2, p. 2957–2968, 2014.

KNOTHE, G.; GERPEN, J. V.; KRAHL, J.; RAMOS, L. P. Manual de Biodiesel, 1a. ed., Edgard Blucher: São Paulo, 2006.

KULJIRASETH, J.; WANGRIYA, A.; MALONES, J. M. C.; KLYSUBUN, W.; JITKARNKA, S. Synthesis and characterization of AMO LDH-derived mixed oxides with various Mg/Al ratios as acid-basic catalysts for esterification of benzoic acid with 2 ethylhexanol. *Applied Catalysis B: Environmental*, vol. 243, p. 415-427, 2019.

LI, H.; WANG, X.; WANG, T.; XIAO, F. A facile, green and time-saving method to prepare partially crystalline NiFe layered double hydroxide nanosheets on nickel foam for superior OER catalysis. *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 844, 2020.

LOGINOVA, I. V.; SHOPPERT, A. A. Preparation of Active Aluminum Hydroxide and Its Use for Production of Finely Dispersed Alumina. *Russian Journal of Non-Ferrous Metal*, vol. 55, p. 234-237, 2014.

L. P. Cardoso, "Estudo da remoção de compostos orgânicos derivados da produção de poliéster presentes em efluentes industriais, por meio de sorção em hidróxidos duplos lamelares do sistema Mg-Al-CO<sub>3</sub>", Diss. Mestrado, FFCL, USP, Ribeirão Preto, SP (2002).

MANCINI, M.; COELHO, A.; PERRONE, O. M.; BOSCOLO, M. Óxidos metálicos derivados de materiais tipo hidrotalcitas contendo Ga<sup>3+</sup> como catalisadores para síntese de biodiesel etílico. *Quim. Nova*, Vol. 40, No. 5, 528-533, 2017.

MENEGETTI, S. M. P.; MENEGHETTI, M. R.; BRITO, Y. C. A.; Rev. Virtual Quim. 2013, 5, 63.

MINISTÉRIO DE MINAS E ENERGIA. Disponível em:< <http://www.mme.gov.br/>>. Acesso em 05 fev. 2025.

MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE. Disponível em:< <http://www.mma.gov.br/>>. Acesso em: 05 fev. 2025.

MULYATUN, M.; ISTADI, I.; WIDAYAT, W. Efeito do método de síntese no desempenho catalítico de catalisadores bifuncionais ácido-base para conversão de óleo de cozinha residual de baixa qualidade em biodiesel. *Catal. Lett*, v. 154, n. 8, 4837–4855, 2024.

REYNA-VILLANUEVA, L. R.; DIAS, J. M.; MEDELLÍN-CASTILLO, N. A.; OCAMPO PÉREZ, R.; MARTÍNEZ-ROSALES, J. M.; PEÑAFLOR-GALINDO, T.; FUENTES, G. A. Biodiesel production using layered double hydroxides and derived mixed oxides: The role of the synthesis conditions and the catalysts properties on biodiesel conversion. *Fuel*, vol. 251, p. 285-292, 2019.

RINALDI, R.; GARCIA, C.; MARCINIUK, L. L.; ROSSI, A. V.; SCHUCHARDT, U. Síntese do biodiesel: uma proposta contextualizada de experimento para o laboratório de química geral. *Química Nova*, v. 30, p. 1374-1380, 2007.

SILVA, T.S. Síntese, Caracterização e Aplicação de hidróxidos Duplos Lamelares a partir de resíduos de Alumínio. Tese (Doutorado em Engenharia Química), Universidade Federal de Alagoas, Maceió, AL, 2023.

SIMONETTI, E. A. N. Óxidos mistos como catalisadores heterogêneos para reações de transesterificação do óleo de soja com etanol e metanol, Programa de Pós-graduação em Engenharia Química da Escola de Engenharia Química de Lorena, USP – Lorena, 2011. Dissertação de Mestrado.

SUAREZ, P. A. Z.; MENEGHETTI, S. M. P.; MENEGHETTI, M. R.; WOLF, C. R.; Transformação de triglicerídeos em combustíveis, materiais poliméricos e insumos químicos: algumas aplicações da catálise na oleoquímica. *Química Nova*, v. 30, p. 667-676, 2007.

TARIG, M.; ALI, S.; KHALID, N. Activity of homogeneous and heterogeneous catalysts, spectroscopic and chromatographic characterization of biodiesel: A review. *Renewable Sustainable Energy Reviews*, v.16, p. 6303-6316, 2012.

THOMMES, M.; KANEKO, K.; NEIMARK, A.V.; OLIVIER, J.P.; RODRIGUEZ, R.F.; ROUQUEROL, J.; SING, K.S.W. Fissiorção de gases, com referência especial à avaliação da área de superfície e distribuição do tamanho dos poros (Relatório técnico da IUPAC). Química pura e aplicada, vol. 87, p.1051–1069, 2015.

XIE W.: PENG, H.; CHEN, L. Calcined Mg-Al hydrotaleites as solid base catalysts for methanolysis of soybean oil. *J. Mol. Catal. A: Chem.* v. 246, p.24-32, 2006.

XU, C.; ENACHE, D. I.; LLOYD, R.; et al. Mgo Catalysed Triglyceride Transesterification

for Biodiesel Synthesis. *Catalysis Letters*, v. 138, n.1-2, p. 1-7, 2010.

YANG, Z.; ZHANG, C.; ZENG, G.; TAN, X.; HUANG, D.; ZHOU, J.; FANG, Q.; YANG, K.; WANG, H.; WEI, J.; NIE, K. State-of-the-art progress in the rational design of layered double hydroxide based photocatalysts for photocatalytic and photoelectrochemical H<sub>2</sub>/O<sub>2</sub> production. *Coordination Chemistry Reviews*, vol. 446, p. 214103-214129, 2021.

ZAWRAH, M. F.; GHANNAYM, E. E.; SADEK, H. E. H.; EL DEFRAWY, S. A.; ALI, O. A. M. Synthesis, characterization and sinterability of pure and Ni-doped nano layered double hydroxides from aluminum dross. *Ceramics International*, vol. 45, p. 17598-17610, 2019.

ZHOU, W.; KONG, Z.; WU, Z.; YANG, S.; WANG, Y.; LIU, Y. Efficient oxidation of biomass derived 5-hydroxymethylfurfural into 2,5-diformylfuran catalyzed by NiMn layered double hydroxide. *Catalysis Communications*, vol. 151, 2021.