

**USO DE MATERIAIS À BASE
DE COBALTO
PROVENIENTES DA
RECICLAGEM DE BATERIAS
DE ÍON-LÍTIO NA
PRODUÇÃO DE BODIESEL:
UMA ABORDAGEM
ESTATÍSTICA**

USE OF COBALT-BASED MATERIALS FROM THE RECYCLING OF LITHIUM-
ION BATTERIES IN BODIESEL PRODUCTION: A STATISTICAL APPROACH

Ciências Exatas e da Terra, Engenharias • 13/05/2026

REGISTRO DOI: [10.70773/revistatopicos/778464107](https://doi.org/10.70773/revistatopicos/778464107)

André da Silva Barbosa
Daphne Dias da Silva
Vinícius Veiga Raymundo de Siqueira
Leonardo da Silva Marinho
Guilherme Tâmega de Jesus Goncalves
Rodolfo Salazar Perez
Ana Isabel de Carvalho Santana
Maria Iaponeide Fernandes Macêdo
Neyda de la Caridad Om Tapanes

RESUMO

O biodiesel é um combustível renovável que se destaca como alternativa sustentável aos combustíveis fósseis, contribuindo para a redução das emissões de gases poluentes. Nesse contexto, a utilização de materiais reciclados como fonte de insumos catalíticos representa uma estratégia promissora sob a perspectiva da economia circular. O presente trabalho investiga a aplicação de catalisadores à base de cobalto derivados da reciclagem de baterias de íon-lítio na produção de biodiesel por transesterificação de óleos de soja e canola. O estudo foi conduzido por meio de um planejamento experimental fatorial, considerando como variáveis independentes a concentração de catalisador, a temperatura de calcinação e o tipo de óleo vegetal. Os experimentos foram realizados em condições controladas, com posterior determinação do rendimento do biodiesel e análise do índice de acidez. Os dados obtidos foram tratados por regressão linear múltipla, permitindo a avaliação dos efeitos individuais e das interações entre as variáveis do processo. Observou-se rendimento entre 74% e 85%, com baixa acidez residual nas amostras. A análise estatística indicou que a concentração do catalisador e a temperatura de calcinação exercem influência significativa sobre o rendimento da reação, sendo a interação entre essas variáveis também relevante. Em contrapartida, a origem do material catalítico não apresentou influência estatisticamente significativa, evidenciando desempenho equivalente entre o material reciclado e o catalisador $\text{CoO}/\text{Al}_2\text{O}_3$. Esses resultados evidenciam o potencial técnico do uso de catalisadores derivados de resíduos de baterias na produção de biodiesel, associando desempenho satisfatório à valorização de resíduos tecnológicos, além de destacar a eficácia do planejamento experimental e da modelagem estatística na compreensão e otimização do processo.

Palavras-chave: Biodiesel; Transesterificação; Catalisadores à base de cobalto; Reciclagem de baterias de íon-lítio; Planejamento experimental; Análise estatística.

ABSTRACT

Biodiesel is a renewable fuel that stands out as a sustainable alternative to fossil fuels, contributing to the reduction of greenhouse gas emissions. In this context, the use of recycled materials as a source of catalytic inputs represents a promising strategy from the perspective of the circular economy. This work investigates the application of cobalt-based catalysts derived from the recycling of lithium-ion batteries in the production of biodiesel by transesterification of soybean and canola oils. The study was conducted using a factorial experimental design, considering catalyst concentration, calcination temperature, and type of vegetable oil as independent variables. The experiments were carried out under controlled conditions, with subsequent determination of biodiesel yield and analysis of the acidity index. The data obtained were treated by multiple linear regression, allowing the evaluation of individual effects and interactions between the process variables. Yields between 74% and 85% were observed, with low residual acidity in the samples. Statistical analysis indicated that catalyst concentration and calcination temperature significantly influence the reaction yield, with the interaction between these variables also being relevant. Conversely, the origin of the catalytic material did not show a statistically significant influence, demonstrating equivalent performance between the recycled material and the $\text{CoO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ catalyst. These results highlight the technical potential of using catalysts derived from battery waste in biodiesel production, associating satisfactory performance with the valorization of technological waste, and also emphasizing the

effectiveness of experimental design and statistical modeling in understanding and optimizing the process.

Keywords: Biodiesel; Transesterification; Cobalt-based catalysts; Lithium-ion battery recycling; Experimental design; Statistical analysis.

1. INTRODUÇÃO

A crescente demanda por fontes de energia renováveis intensificou-se nas últimas décadas, impulsionada pela necessidade de mitigar os impactos ambientais decorrentes do uso de combustíveis fósseis. Nesse contexto, o biodiesel destaca-se como alternativa estratégica por ser renovável, biodegradável e contribuir para a redução das emissões de gases de efeito estufa. No Brasil, sua relevância é ampliada pela extensa disponibilidade de matérias-primas oleaginosas e pelo suporte de políticas públicas como o Proálcool, o PNPB e o RenovaBio, conforme destacado por ZAVARISE et al. (2021). De maneira análoga, outros países também adotam instrumentos regulatórios e econômicos para fomentar a produção e o consumo de biocombustíveis, como analisado por ANNIBALDI et al. (2020).

Embora a produção de biodiesel por transesterificação seja tecnologicamente consolidada, persistem desafios relacionados ao rendimento reacional e à qualidade do produto final. Esses aspectos dependem, sobretudo, do tipo de catalisador empregado, do teor de acidez da matéria-prima e das condições operacionais, conforme discutido por MANDARI e DEVARAI (2021). Nesse cenário, os catalisadores heterogêneos apresentam vantagens operacionais relevantes, como facilidade de separação, menor formação de sabões e possibilidade de reutilização, quando comparados aos sistemas homogêneos, conforme relatado por RUPOLO (2022).

Adicionalmente, a natureza do óleo vegetal influencia o comportamento cinético e a estabilidade do processo, em função das diferenças composicionais entre as matérias-primas, como apontado por DIAS DE FREITAS et al. (2022) e NIKOLIĆ et al. (2025).

O cobalto destaca-se como metal de interesse catalítico devido às suas propriedades oxirredutoras, estabilidade em múltiplos estados de oxidação e elevada capacidade de adsorção de espécies reativas, conforme descrito por CORNILS et al. (2013) e TWIGG (1989). Contudo, sua obtenção está associada a impactos ambientais significativos, especialmente em regiões onde é produzido como subproduto da mineração de níquel e cobre. Evidências indicam níveis elevados de contaminação ambiental e riscos à saúde humana em áreas próximas a atividades mineradoras, conforme relatado por BOTELHO Jr et al. (2021). Esse contexto tem estimulado a recuperação de metais estratégicos a partir de resíduos tecnológicos, particularmente o cobalto proveniente de baterias de íon-lítio, cuja demanda cresce com a expansão dos dispositivos eletrônicos e veículos elétricos, apesar das ainda reduzidas taxas de reciclagem, segundo o Cobalt Institute (2025).

O reaproveitamento de metais de transição presentes nessas baterias, como o cobalto, o níquel e o manganês, vem sendo estudado principalmente para fins de reciclagem e reintrodução na cadeia de produção de materiais catódicos. Dentre os estudos patenteados destacam-se os que abordam técnicas de extração seletiva e purificação de metais, estritamente para a reutilização em baterias, tais como BR 11 2024 019306 3, BR 11 2024 000836 3, BR 11 2022 023627 1 e BR 11 2013 032436 8. Outro grupo relevante de estudos refere-se à síntese de materiais à base de cobalto voltadas à produção de óxidos e compostos de cobalto com aplicação

eletroquímica, tais como as patentes BR 10 2023 025703 8, BR 11 2024 025962 5 e PI 0813395-6.

Apesar do volume de tecnologias desenvolvidas para recuperação e síntese de materiais à base de cobalto, não foram identificadas aplicações que explorem diretamente o uso de estes compostos recuperados de baterias como catalisadores na produção de combustíveis.

Entre os materiais recuperados de baterias de íon-lítio destaca-se o óxido de cobalto litiado (LiCoO_2), que apresenta características estruturais e eletrônicas favoráveis à aplicação catalítica. Sua composição envolve metais de transição em múltiplos estados de oxidação, capazes de promover reações redox superficiais, associadas a uma rede cristalina estável que favorece a adsorção e ativação de moléculas orgânicas. Essas propriedades conferem ao LiCoO_2 potencial para atuação como material ativo em processos de conversão de matérias-primas renováveis. Apesar dessas características, a aplicação catalítica desses compostos ainda é pouco explorada em processos de conversão química voltados à produção de biocombustíveis, especialmente quando provenientes de fontes recicladas.

Diante desse contexto, o presente estudo investiga o uso dos compostos de cobalto reciclado de baterias de íon-lítio na produção de biodiesel por transesterificação, avaliando a influência da concentração do catalisador, da temperatura de calcinação e do tipo de óleo vegetal sobre o desempenho do processo. Para isso, emprega-se planejamento experimental fatorial aliado à análise estatística, com o objetivo de compreender as interações entre as variáveis e contribuir para a otimização do sistema.

2. METODOLOGIA

Este trabalho foi estruturado em três etapas experimentais. A primeira compreendeu a extração dos compostos de cobalto a partir de baterias de íon-lítio exauridas. A segunda consistiu na síntese dos catalisadores à base de cobalto suportado em alumina, enquanto a terceira envolveu a aplicação dos materiais na produção de biodiesel via reação de transesterificação. Todas as etapas foram realizadas sob condições laboratoriais rigorosamente controladas com o propósito de garantir a reprodutibilidade dos experimentos e a confiabilidade dos resultados analíticos subsequentes.

2.1. Extração do Cobalto das Baterias Exauridas

As baterias de íon-lítio exauridas foram obtidas em ponto de descarte autorizado, visando garantir a rastreabilidade e a conformidade ambiental do material empregado. Inicialmente, foi realizada a verificação da presença de carga residual por meio de multímetro digital, com o objetivo de avaliar possíveis riscos associados ao manuseio. Para assegurar a segurança operacional, as baterias foram submetidas a um processo de descarga completa, consistindo na imersão em água destilada por um período de 24 h, seguido de secagem em estufa a 100 °C por igual intervalo de tempo, conforme procedimentos descritos na literatura para descarregamento de baterias de íon-lítio (OJANEN et al., 2018).

Após a etapa de descarregamento, procedeu-se ao desmantelamento manual das baterias, utilizando ferramentas convencionais, como chave de fenda e alicate de corte. Esse procedimento permitiu a separação dos componentes internos, evidenciando as fitas de cobre (ânodo) e alumínio (cátodo), sendo

estas últimas de interesse para o presente estudo. As fitas catódicas foram submetidas a secagem em estufa a 100 °C por 24 h, com a finalidade de remover solventes residuais. Em seguida, realizou-se a raspagem do material ativo depositado sobre as fitas, utilizando espátula, obtendo-se o pó contendo majoritariamente LiCoO_2 . As etapas se mostram na Figura 1. O material extraído foi posteriormente pesado e armazenado em dessecador, a fim de evitar contaminação e absorção de umidade, sendo então destinado às etapas subsequentes do processo experimental. A caracterização do material obtido foi realizada por Difração de Raios X (DRX), empregando radiação $\text{Cu K}\alpha$ (40 kV/25 mA), na faixa angular de 2θ entre 2° e 40° , com passo de $0,01^\circ$.

Figura 1: Processos de extração do Cobalto das baterias exauridas.



Fonte: Elaborado pelos autores

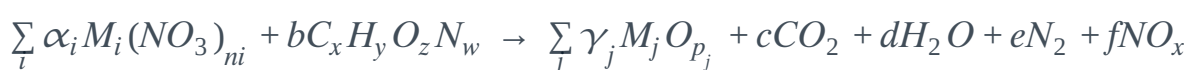
2.2. Síntese dos Catalisadores

No presente estudo, foram avaliados catalisadores heterogêneos sintetizados a partir de duas diferentes fontes de cobalto: (i) cobalto recuperado de baterias de íon-lítio exauridas e (ii) cobalto de origem

comercial, de grau analítico, utilizado como material de referência. Ambos os precursores foram submetidos ao mesmo procedimento de síntese, permitindo a comparação direta do desempenho catalítico em função da origem do material.

O catalisador base cobalto foi sintetizado pelo método de combustão em solução, empregando como precursores o material proveniente de baterias de íon-lítio recicladas e o nitrato de cobalto (II) hexahidratado de grau analítico. A alumina foi selecionada como suporte devido à sua elevada estabilidade térmica, alta porosidade e capacidade de dispersão das espécies metálicas ativas.

A síntese utilizou nitrato de alumínio como fonte de alumina e ureia como agente redutor/combustível, ambos dissolvidos em 10 mL de água destilada até completa homogeneização. As massas foram calculadas com base na razão estequiométrica proposta por Jain, Adiga e Pai Verneker (1981), assegurando o balanço oxidante/redutor necessário à combustão autossustentada, conforme descrito na Equação 1.



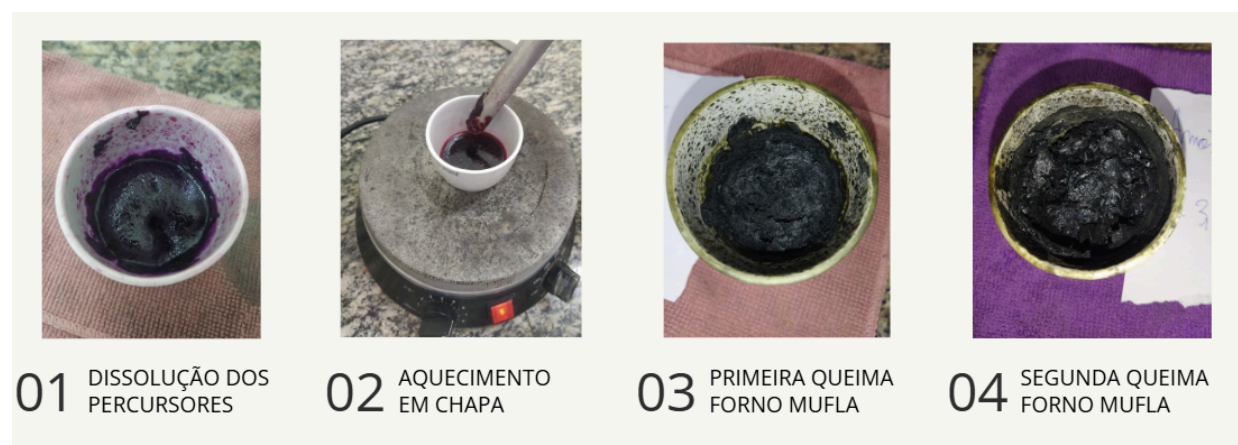
Sendo $M_i (NO_3)_{ni}$ os nitratos metálicos precursores, com coeficientes molares a_i . $C_x H_y O_z N_w$ o combustível orgânico genérico (qualquer agente redutor orgânico) com coeficiente b . $M_j O_{pj}$ óxidos sólidos formados como produto com coeficientes γ_j . CO_2 , H_2O , N_2 , NO_x produtos gasosos típicos da combustão; coeficientes c, d, e, f a serem determinados no balanceamento.

A mistura reacional foi submetida a aquecimento em chapa até a formação de um gel viscoso, indicando a evaporação do solvente e a adequada homogeneização dos precursores. O material resultante

foi resfriado por 10 a 15 minutos e, em seguida, submetido ao tratamento térmico em forno mufla. A primeira etapa de aquecimento foi conduzida a 600 °C por 1 h, com o objetivo de eliminar resíduos orgânicos e promover a decomposição dos nitratos metálicos.

Posteriormente, o sólido obtido foi submetido à calcinação em duas condições distintas, 700 °C e 1100 °C, por 3 h cada. A adoção das temperaturas de calcinação de 700 e 1100 °C permitiu avaliar, de forma comparativa, o efeito da temperatura sobre as propriedades estruturais dos catalisadores, incluindo a formação da fase ativa e a estabilidade estrutural, possibilitando a identificação da condição de melhor desempenho na reação de transesterificação. O procedimento de preparação dos catalisadores está apresentado de forma esquemática na Figura 2.

Figura 2: Etapas da preparação dos catalisadores



Fonte: Elaborado pelos autores, 2026

2.3. Síntese do Biodiesel

A síntese do biodiesel foi realizada por transesterificação heterogênea de óleos vegetais refinados de canola e soja com metanol, na razão molar óleo:metanol de 1:6. A seleção das matérias-

primas lipídicas é um fator determinante no desempenho da reação de transesterificação e na qualidade do biodiesel produzido. Neste contexto, os óleos de soja e de canola foram escolhidos por apresentarem características físico-químicas complementares e elevada relevância industrial.

O óleo de soja destaca-se como a principal matéria-prima para produção de biodiesel no Brasil, devido à sua ampla disponibilidade, baixo custo e cadeia produtiva consolidada. Além disso, sua composição em ácidos graxos, predominantemente insaturados (como ácido linoleico e oleico), favorece a reatividade na transesterificação, resultando em elevados rendimentos de ésteres metílicos. Por outro lado, o óleo de canola apresenta maior teor de ácidos graxos monoinsaturados, especialmente ácido oleico, o que confere ao biodiesel melhores propriedades oxidativas e maior estabilidade térmica quando comparado ao biodiesel de soja. Essa característica é particularmente relevante para avaliação do desempenho catalítico em condições mais exigentes. A utilização de ambos os óleos permite, portanto, uma análise comparativa do desempenho do catalisador em diferentes perfis de composição lipídica, possibilitando avaliar a influência da estrutura dos ácidos graxos na eficiência da reação de transesterificação e na qualidade do biocombustível produzido.

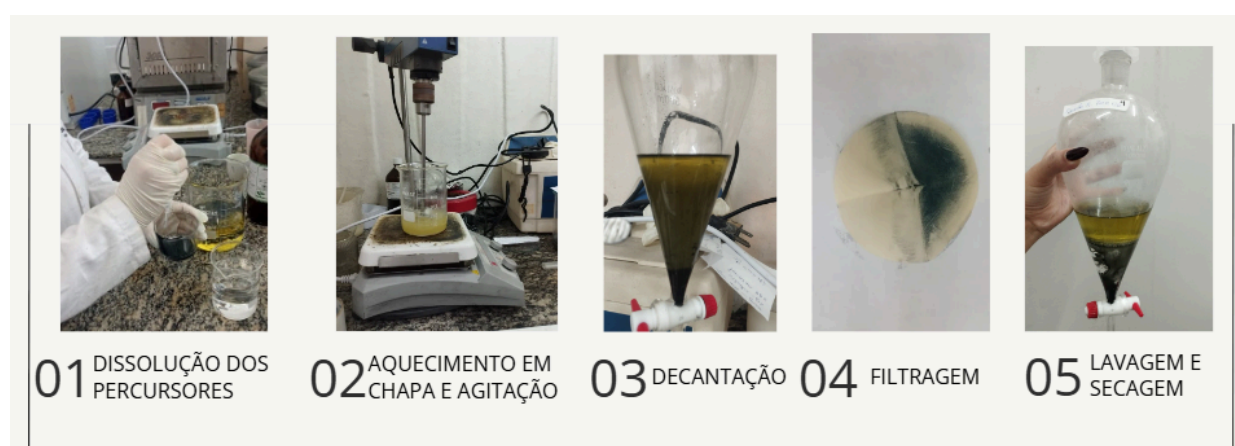
Os ensaios foram conduzidos em sistema com aquecimento e agitação mecânica, mantendo-se a mistura reacional entre 55 °C e 70 °C por 1 h, faixa próxima ao ponto de ebulição do metanol, com o objetivo de favorecer a conversão e minimizar perdas por volatilização. Nas reações, foram utilizados catalisadores à base de cobalto sintetizados conforme descrito na Seção 2.2, adicionados em

diferentes concentrações em relação à massa de óleo, com o objetivo de avaliar sua influência no desempenho da reação.

Após o término da reação, o sistema foi mantido em repouso por 24 h para promover a separação de fases. Em seguida, realizou-se a filtração para remoção do catalisador heterogêneo. O biodiesel obtido foi submetido à lavagem com água destilada aquecida, com a finalidade de remover glicerina e metanol residuais. Posteriormente, o produto foi aquecido a 120 °C sob agitação magnética por aproximadamente 1 min, visando à eliminação da umidade remanescente. A Figura 3 apresenta o fluxograma das etapas envolvidas nas reações.

A partir desse procedimento, foram obtidas oito amostras principais, resultantes das combinações entre tipo de óleo (O), fonte de cobalto (C), concentração de catalisador (CC) e temperatura de calcinação (T) seguindo um planejamento de experimentos explicado a seguir.

Figura 3: Etapas da preparação dos biodieseis



Fonte: Elaborado pelos autores, 2026

2.4. Planejamento de Experimentos

Para avaliar a influência das variáveis de processo sobre o rendimento reacional, adotou-se um planejamento fatorial

fracionado, modelado por meio de uma equação polinomial linear com termos de interação, conforme expresso na Equação (2). As variáveis independentes consideradas foram: concentração de catalisador (%), tipo de catalisador, temperatura de calcinação e presença de óleo.

$$Y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_{12} x_1 x_2 + \dots + \varepsilon$$

Em que Y representa a variável resposta predita pelo modelo; β_0 , o intercepto; β_n , os coeficientes de regressão associados aos efeitos lineares; x_n , as variáveis independentes; e ε , o erro experimental aleatório.

O tratamento estatístico foi conduzido por regressão linear múltipla, considerando termos de interação de segunda ordem entre variáveis estatisticamente significativas. Para garantir independência dos erros e reduzir a influência de fatores não controláveis, a ordem dos ensaios foi aleatorizada, conforme recomendado por MONTGOMERY (2019), assegurando a validade das inferências estatísticas. A identificação das amostras seguiu, portanto, a ordem cronológica de execução.

As variáveis qualitativas foram tratadas por meio de codificação binária (variáveis dummy), sendo o “tipo de catalisador” definido como 0 para o material derivado de baterias e 1 para o catalisador Co/Al₂O₃, e a variável “óleo” codificada como 1 para canola e 0 para soja. As variáveis quantitativas foram mantidas em suas unidades originais. A Tabela 1 apresenta os níveis máximo e mínimo de cada fator.

Tabela 1: Variáveis de entrada e seus respectivos níveis

Variáveis	Unidade	Simbolo	Níveis (-1; +1)
Concentração do catalisador na reação	%	CC	1; 3
Catalisador		C	0; 1
Temperatura de Calcinação	°C	T	700; 1100
Óleo vegetal		O	0; 1

Fonte: Elaborado pelos autores, 2026

A matriz experimental combinou esses níveis e fatores, resultando na realização de 10 experimentos em duplicata. A matriz está apresentada na Tabela 2.

Tabela 2: Matriz de experimentos

Experimentos	CC	C	T	O
1	0,01	0	700	0
2	0,01	0	700	1
3	0,01	0	1100	0
4	0,01	0	1100	1
5	0,01	1	700	0
6	0,01	1	700	1
7	0,01	1	1100	0
8	0,01	1	1100	1
9	0,03	0	700	0

10	0,03	1	700	0
----	------	---	-----	---

Fonte: Elaborado pelos autores, 2026

Esta pesquisa utilizará o software TIBCO STATISTICA ULTIMATE ACADEMIC da Stat Soft para realizar o planejamento de experimentos e a análise estatística dos resultados.

2.5. Variáveis de Resposta

As amostras obtidas foram submetidas a um conjunto de análises físico-químicas com o objetivo de avaliar sua qualidade, composição e desempenho no processo de transesterificação.

A determinação do número de acidez foi realizada por titulação ácido-base em meio não aquoso, empregando solução padronizada de hidróxido de sódio (NaOH) a 0,1 mol·L⁻¹. Em cada ensaio, adicionaram-se três gotas de fenolftaleína como indicador, sendo o ponto final da titulação identificado pela mudança de coloração persistente da solução, indicando a neutralização dos ácidos presentes.

O cálculo do índice de acidez foi realizado conforme a Equação 3.

$$IA = \frac{V \times N \times f \times 56,1}{m}$$

Onde:

IA - Índice de Acidez (mg de KOH/g);

V – Volume gasto de hidróxido de sódio na titulação (ml);

N – Normalidade da solução de NaOH (mol/l) = 0,1;

f – fator de correção da solução de hidróxido de sódio (NaOH) = 0,99;

Peso molecular do KOH = 56,1 g/mol;

m = massa da amostra (g);

O rendimento da reação de transesterificação foi calculado a partir da razão entre a massa final de biodiesel obtido e a massa inicial de óleo utilizada, conforme a equação 4.

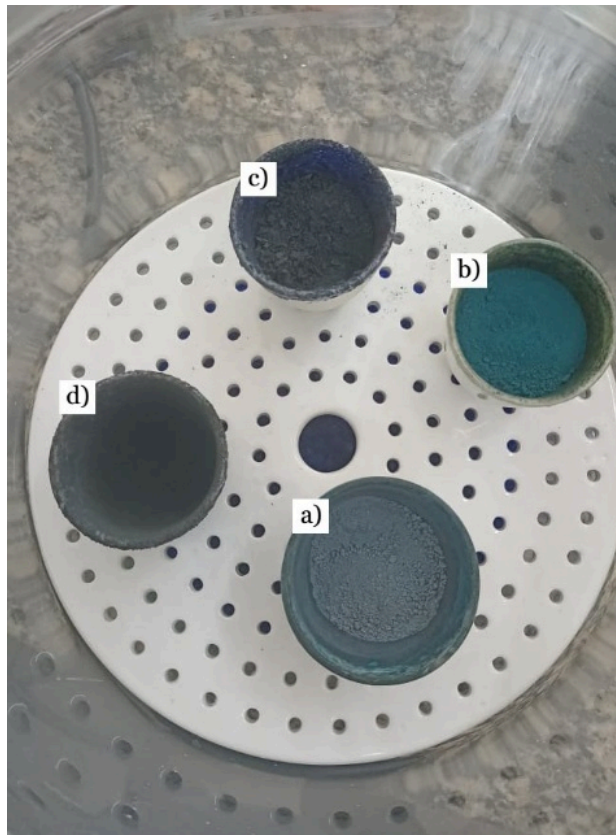
$$\text{Rendimento}(\%) = \frac{m_{\text{final}}}{m_{\text{inicial}}} \times 100$$

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Caracterização dos Catalisadores

A síntese dos catalisadores foi conduzida de forma reprodutível, resultando em materiais com características físicas compatíveis com os sistemas propostos. Observou-se variação de coloração entre as amostras obtidas (Figura 4), indicando diferenças na composição e nas fases formadas em função da fonte do material e das condições de calcinação. Os catalisadores preparados a partir do precursor comercial (Co/Al₂O₃) apresentaram coloração mais intensa e homogênea, enquanto os materiais derivados de baterias exibiram tonalidades distintas, sugerindo maior complexidade composicional.

Figura 4: Foto dos catalisadores sintetizados e calcinados.

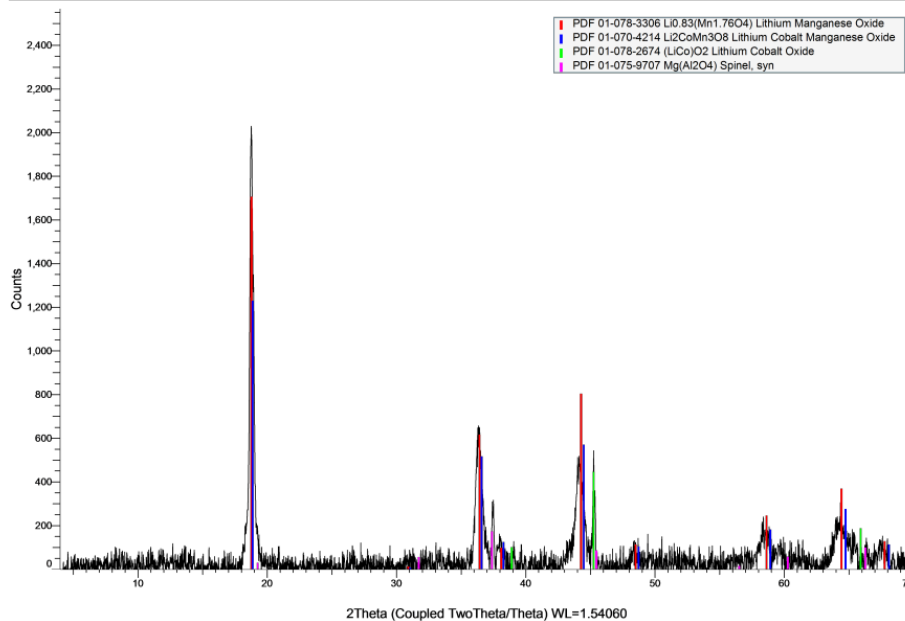


Fonte: Elaborado pelos autores, 2026

a) $\text{CoO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ calcinado a $700\text{ }^\circ\text{C}$; b) $\text{CoO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ calcinado a $1100\text{ }^\circ\text{C}$; c) catalisador derivado de baterias calcinado a $1100\text{ }^\circ\text{C}$; d) catalisador derivado de baterias calcinado a $700\text{ }^\circ\text{C}$.

A análise por difração de raios X (DRX) do material precursor derivado de baterias (Figura 4) revelou um padrão característico de óxidos de metais de transição contendo lítio, com picos de difração em valores de 2θ próximos a 19° , 37° , 44° , 59° e 65° , associados a estruturas cristalinas do tipo lamelar semelhantes à fase LiCoO_2 , em concordância com padrões de difração reportados na literatura e com dados da base JCPDS/ICDD (PDF-4+)

Figura 5: Espectro de DRX do material extraído da bateria e peneirado (LiCoO_2)



Fonte: Elaborado pelos autores, 2026

A presença de reflexões adicionais e variações na intensidade relativa dos picos no difratograma sugere a coexistência de diferentes fases cristalinas contendo metais de transição, como sistemas do tipo Li-Co-Mn-O. Esses resultados indicam que o material apresenta uma composição estrutural complexa, com possível substituição parcial de cátions na rede cristalina, o que pode influenciar propriedades como estabilidade térmica, área superficial e comportamento catalítico. A boa definição dos picos observados indica elevado grau de cristalinidade do material, mesmo após o processo de recuperação.

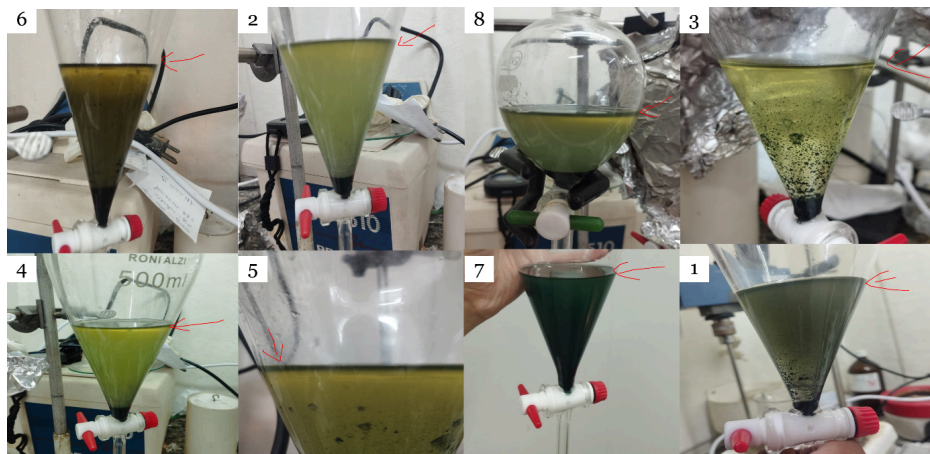
As diferenças visuais observadas entre as amostras (Figura 4) estão, portanto, diretamente relacionadas às transformações estruturais evidenciadas pelo DRX. Durante o tratamento térmico, ocorrem processos de decomposição dos precursores, difusão de espécies metálicas e reorganização da estrutura cristalina, favorecendo a formação de óxidos mistos e possíveis estruturas do tipo espinélio. Essas transformações dependem fortemente da temperatura de calcinação e da composição inicial do material.

Do ponto de vista catalítico, a presença de múltiplas fases e de diferentes estados de oxidação dos metais de transição pode contribuir para a formação de sítios ativos variados, o que pode influenciar positivamente a atividade e a estabilidade do catalisador na reação de transesterificação. Assim, os resultados de DRX, aliados às observações macroscópicas, fornecem evidências importantes sobre a estrutura dos materiais obtidos e seu potencial de aplicação.

3.2. Síntese de Biodiesel

A síntese do biodiesel foi realizada sob condições controladas e após o período de repouso, observou-se a separação de fases característica, com formação de uma camada de glicerina na região superior dos frascos, indicando a ocorrência da transesterificação e a formação do biodiesel (Figura 6). A filtração foi conduzida de forma eficiente, promovendo a retenção do catalisador no meio filtrante e permitindo sua recuperação para possível reutilização. A Figura 7 apresenta os filtros contendo o material retido ao final do processo. A etapa de lavagem com água destilada aquecida foi eficaz na remoção de metanol residual, glicerina e impurezas solúveis, resultando em biodiesel com coloração dourada homogênea, consistente com um processo adequado de purificação.

Figura 6: Camada superior de glicerina formada após a reação



Fonte: Elaborado pelos autores, 2026

Figura 7: Filtros contendo o catalisador recuperado após a filtração



Fonte: Elaborado pelos autores, 2026

3.3. Análise Estatística

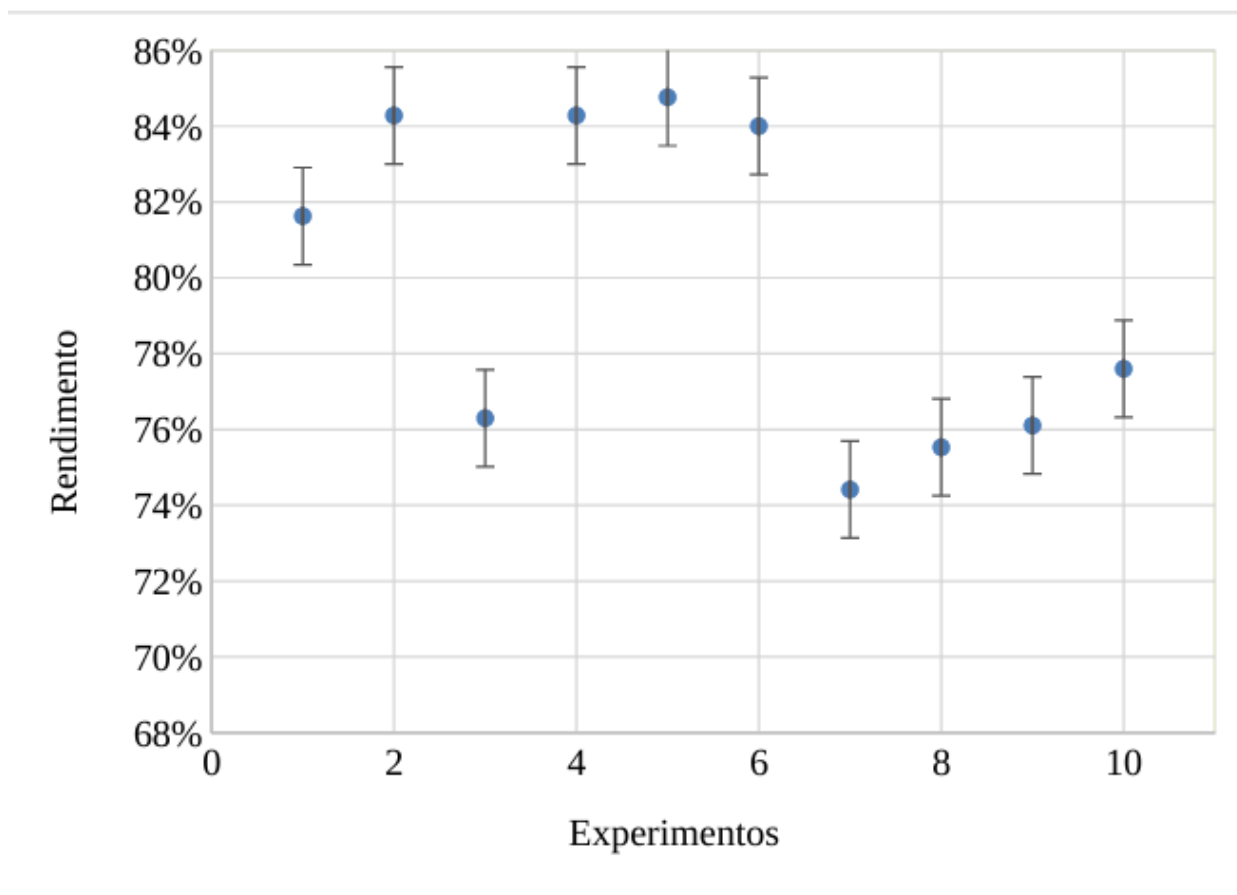
Os índices de acidez das amostras de biodiesel obtidas a partir de óleos de soja e canola apresentaram valores próximos entre si, com média de $0,111 \text{ mg KOH}\cdot\text{g}^{-1}$, indicando baixa acidez residual e adequada purificação do produto. Valores reduzidos de acidez estão associados à menor concentração de ácidos graxos livres e à diminuição de reações secundárias, como saponificação e hidrólise. Por outro lado, os rendimentos das amostras (Tabela 3) apresentaram variação mais expressiva, com valores entre 74% e 85%. Diante disso, foi realizada uma análise estatística da variável resposta rendimento, a qual é discutida na sequência.

Os valores de rendimento obtidos na reação de transesterificação para produção de biodiesel de soja e canola estão apresentados na Figura 8, seguindo as 10 condições avaliadas no planejamento de experimentos mostradas na Tabela 2. As barras de erro foram inseridas com base nas réplicas experimentais, permitindo avaliar a variabilidade dos resultados e a confiabilidade dos dados obtidos.

A ANOVA (Tabela 3) foi usada para detectar os fatores e suas interações que influenciam significativamente no desempenho dos catalisadores nas reações. As interações de segunda ordem consideradas no estudo foram CC-C, CC-T, CC-O, C-T, C-O e T-O.

Os valores de p para os fatores (CC, C, T e O) e interações correspondente mostrados na Tabela 3 definem a influência na variável de resposta (REND). Como o nível de confiança foi considerado em 95%, se o valor de p do fator ou da interação for menor ou igual ao grau de risco (0,05 ou 5%), há uma correlação significativa entre as variáveis de resposta e o fator, enquanto valores de p maiores que 0,05 mostram a ausência de correlação.

Figura 8: Rendimento da transesterificação para produção de biodiesel de soja e canola seguindo as 10 condições avaliadas no planejamento de experimentos



Fonte: Elaborado pelos autores, saída do software TIBCO Statistica®, 2026

Os resultados da Figura 8 indicam que o rendimento da reação permaneceu dentro de uma faixa relativamente estreita, sugerindo um desempenho estável dos sistemas catalíticos nas condições avaliadas. Embora não tenham sido observadas variações extremas, as diferenças entre os ensaios experimentais revelam que o processo é sensível a alterações nos parâmetros operacionais.

Tabela 3: Resultados da ANOVA de planejamento fatorial para o Rendimento da reação (REND)

Termos	Efeitos	Standard Error	Stat t	P-Value
Intercepto	0,774770	0,006402	121,0194	0,000068
CC	-0,063446	0,012804	-4,9552	0,038397
C	-0,023023	0,008382	-2,7467	0,110928
T	-0,060384	0,009054	-6,6695	0,021750

O	0,027483	0,009054	3,0356	0,093545
C-T	-0,030153	0,008382	-3,5972	0,069339
C-O	-0,022134	0,008382	-2,6406	0,118465
T-O	0,018029	0,009054	1,9913	0,184692
Erro padrão $\varepsilon = 0,0128$				
$R^2 = 97,99\%$				
R^2 ajustado = 90,99%				

Fonte: Elaborado pelos autores, saída do software TIBCO Statistica®, 2026

Os resultados da ANOVA apresentados na Tabela 3 indicam que a concentração do catalisador (CC) e a temperatura de calcinação (T) são fatores estatisticamente significativos que afetam o rendimento da reação, uma vez que seus valores de p são inferiores ao nível de significância adotado ($p \leq 0,05$). Ambos os fatores apresentam efeitos negativos, sugerindo que o aumento da concentração do catalisador e da temperatura de calcinação dentro da faixa estudada tende a levar a uma redução no rendimento de biodiesel. Esse comportamento pode estar associado a limitações de transferência de massa em concentrações mais elevadas de catalisador e a possíveis alterações estruturais no catalisador em temperaturas de calcinação elevadas, como sinterização e redução da área superficial ativa.

Comportamento semelhante tem sido relatado na literatura para catalisadores heterogêneos à base de óxidos mistos de cobalto e níquel na produção de biodiesel. No estudo de SHRIVASTAVA et al. (2025), foi observado que o aumento da quantidade de catalisador

tende a promover um incremento no rendimento até um valor ótimo (aproximadamente 3,5 wt%), seguido por uma possível redução em cargas mais elevadas. Os autores associam esse comportamento, de forma geral, a dificuldades na mistura entre metanol e óleo em sistemas com maior concentração de catalisador, bem como a limitações na etapa de separação do biodiesel formado.

Desempenho análogo tem sido observado em estudos envolvendo catalisadores à base de óxido de cobalto. No trabalho de Rozina et al. (2022), verificou-se que o aumento da concentração de catalisador promove um incremento no rendimento até uma condição ótima (0,54 wt%), sendo seguido por uma redução em concentrações mais elevadas, como evidenciado na condição de 0,91 wt%. Os autores associam esse comportamento, de forma geral, ao aumento da viscosidade do meio reacional e à consequente redução do contato entre os reagentes e os sítios ativos do catalisador, o que pode limitar a eficiência da reação.

Nesse sentido, os resultados obtidos no presente trabalho indicam uma tendência semelhante, sugerindo que o aumento da concentração de catalisador pode, em determinadas condições, afetar negativamente o rendimento da reação, possivelmente em função de limitações de transferência de massa e de alterações nas propriedades físicas do sistema reacional.

Observa-se também na Tabela 3 que o tipo de óleo (O) e a interação entre a fonte do catalisador e a temperatura de calcinação (C-T), apresentaram significância marginal ($0,05 < p \leq 0,10$) indicando uma possível tendência a influenciar a resposta. Embora esses termos não possam ser considerados estatisticamente significativos, seus efeitos sugerem que tanto a natureza da matéria-prima quanto a

interação entre a composição do catalisador e as condições térmicas de preparo podem exercer influência no rendimento da reação, dependendo das condições operacionais avaliadas.

Os resultados indicam que o tipo de catalisador (C) não apresentou efeito estatisticamente significativo ($p > 0,05$), sugerindo que o catalisador $\text{CoO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ e o material recuperado de baterias apresentam desempenho semelhante quanto ao rendimento da reação nas condições avaliadas. Esse resultado evidencia que o reaproveitamento do material extraído das baterias não compromete a eficiência catalítica da reação de transesterificação de óleo vegetal.

Por outro lado, analisando a Tabela 3, o *valor p* da interação entre o tipo de catalisador e a temperatura de calcinação (C-T) indica que o efeito da temperatura sobre o rendimento depende do tipo de catalisador utilizado. De modo geral, temperaturas mais elevadas (1100 °C) resultam em redução do rendimento, sendo esse efeito mais pronunciado quando utilizado o material recuperado das baterias como catalisador. Dessa forma, o controle da temperatura de calcinação é um fator crítico, embora ambos os materiais apresentem desempenho global semelhante, a resposta do sistema pode variar de forma mais sutil em função das condições térmicas de preparo do catalisador. Esse comportamento encontra suporte na literatura, estudos com catalisadores de Co_3O_4 mostram que variações na temperatura de calcinação promovem alterações significativas na área superficial, tamanho de cristalito e porosidade, afetando diretamente o desempenho catalítico (SHRIVASTAVA, 2024). Em geral, temperaturas mais elevadas tendem a reduzir a área superficial e a dispersão dos sítios ativos, resultando em menor atividade. Além disso, em sistemas aplicados à produção de

biodiesel, observa-se que a eficiência catalítica depende fortemente das características físico-químicas do material, as quais são determinadas pelas condições de preparo.

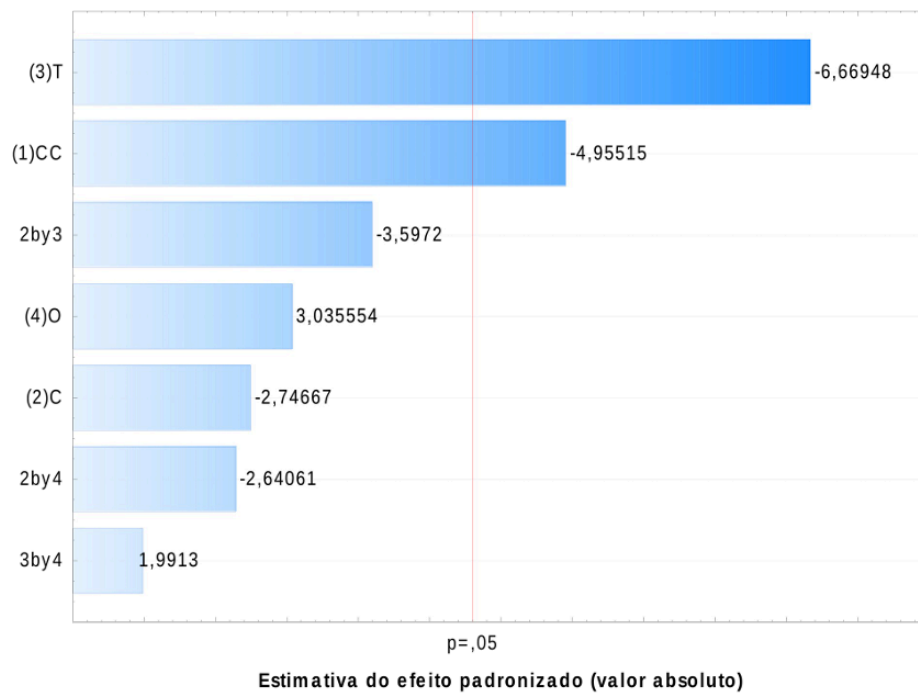
O valor de R^2 ajustado para o modelo de regressão da resposta *REND* foi de 90,99%. Este coeficiente apresenta um nível acima de 90%, o que implica que o modelo tem boa capacidade preditiva.

A análise de resíduos foi realizada para verificar as premissas da ANOVA e validar o modelo de regressão. A equação do modelo é mostrada na Equação 5

$$REND = 0,9335 - 3,1723 * CC + 0,1348 * C - 0,00012 * T - 0,00015 * C * T \pm 0,0128 \dots$$

A influência dos fatores e interações avaliados no rendimento da reação pode ser verificada graficamente por meio da Figura 9. A figura mostra o diagrama de Pareto, que relaciona os efeitos dos fatores e suas interações com a variável de resposta *REND*. A linha de referência no diagrama indica quais efeitos são significativos; neste estudo, utilizou-se o método de Lenth para traçar a linha de referência. Os termos com efeitos à direita da linha representam os parâmetros significativos, corroborando os resultados mostrados na Tabela 3.

Figura 9: Diagrama de Pareto da variável de resposta: *REND*



Fonte: Elaborado pelos autores, saída do software TIBCO Statistica®, 2026

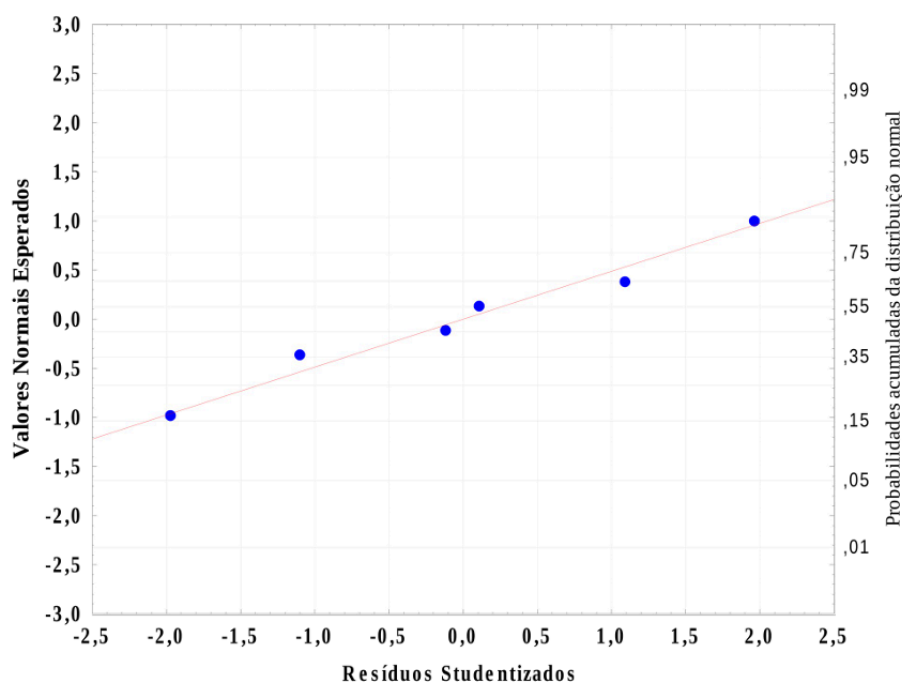
Para avaliar a adequação do modelo de regressão em relação à variável resposta rendimento (REND), foram analisados os seguintes gráficos de diagnóstico baseados nos resíduos do modelo de regressão: (i) gráfico de probabilidade normal dos resíduos studentizados, (ii) resíduos studentizados versus os valores previstos pelo modelo e (iii) resíduos studentizados em função da ordem de execução dos experimentos.

O uso de resíduos studentizados é especialmente relevante nesse contexto, uma vez que esses resíduos são normalizados pela variabilidade do modelo e levam em consideração a influência de cada observação, permitindo uma avaliação mais robusta da presença de valores discrepantes (outliers) e de possíveis violações das suposições do modelo. A análise desses gráficos possibilita verificar a normalidade dos resíduos, a independência dos erros e a homogeneidade de variâncias, que são pressupostos fundamentais para a validade do modelo de regressão. Assim, a ausência de padrões sistemáticos e a distribuição aleatória dos resíduos ao redor de zero indicam que o modelo ajustado é adequado para descrever

o comportamento da variável resposta dentro da faixa experimental estudada.

O gráfico de probabilidade normal dos resíduos studentizados (QQ plot) apresentado na Figura 10 indica que os pontos experimentais se distribuem aproximadamente ao longo da linha reta de referência, sem desvios sistemáticos significativos. Esse comportamento sugere que os resíduos seguem, de forma satisfatória, uma distribuição normal, atendendo a uma das principais suposições do modelo de regressão. Observa-se ainda a ausência de curvaturas acentuadas ou dispersões anômalas nas extremidades, o que indica que não há evidências de assimetria ou de presença de outliers relevantes. Dessa forma, pode-se inferir que o modelo apresenta ajuste adequado em relação à normalidade dos erros, reforçando a confiabilidade das análises estatísticas realizadas.

Figura 10: Gráfico de probabilidade normal dos resíduos studentizados (QQ plot)

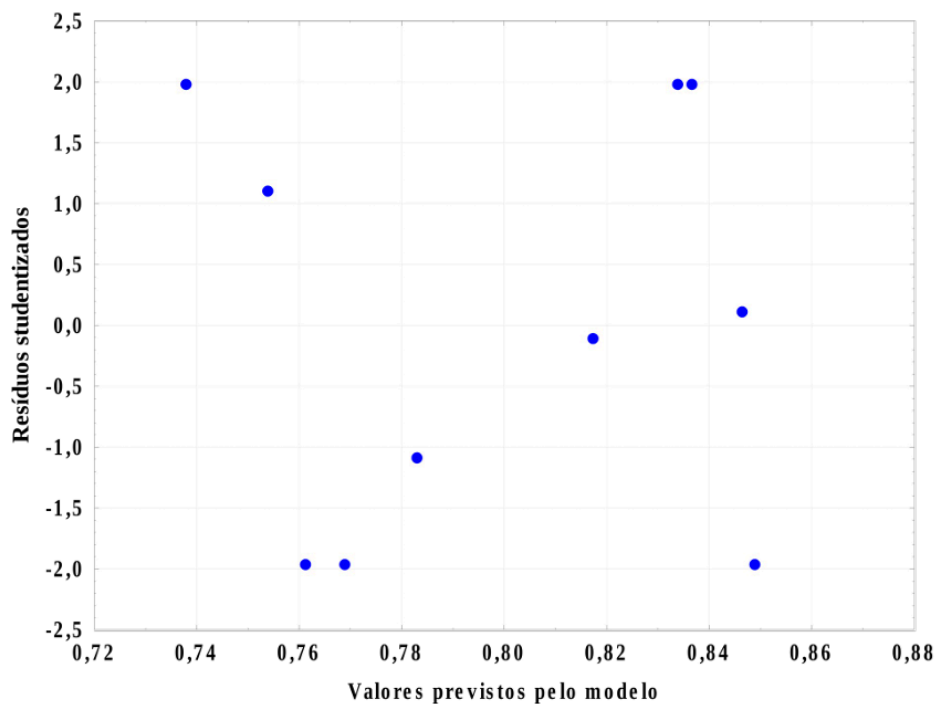


Fonte: Elaborado pelos autores, saída do software TIBCO

Statistica®, 2026

A Figura 11 apresenta o gráfico dos resíduos studentizados em função dos valores previstos pelo modelo de regressão. Observa-se que os resíduos estão distribuídos de forma aproximadamente aleatória em torno de zero, sem a presença de padrões sistemáticos ou tendências definidas ao longo da faixa de valores ajustados. A dispersão dos pontos mostra-se relativamente homogênea, não sendo evidenciada a formação de estruturas características de heterocedasticidade, como padrões em funil ou curvaturas. Embora alguns resíduos apresentem maior magnitude, todos se mantêm dentro de limites aceitáveis, permanecendo no intervalo de -3 a $+3$, o que indica a ausência de outliers significativos nos dados experimentais. Esse comportamento sugere que os erros do modelo não apresentam desvios extremos, corroborando a adequação do ajuste estatístico e a confiabilidade das análises realizadas. Esses resultados sugerem que o modelo apresenta ajuste adequado, com variância aproximadamente constante dos erros e boa capacidade de descrever o comportamento da variável resposta REND na região experimental estudada.

Figura 11: Gráfico dos resíduos studentizados em função versus os valores previstos pelo modelo de regressão.



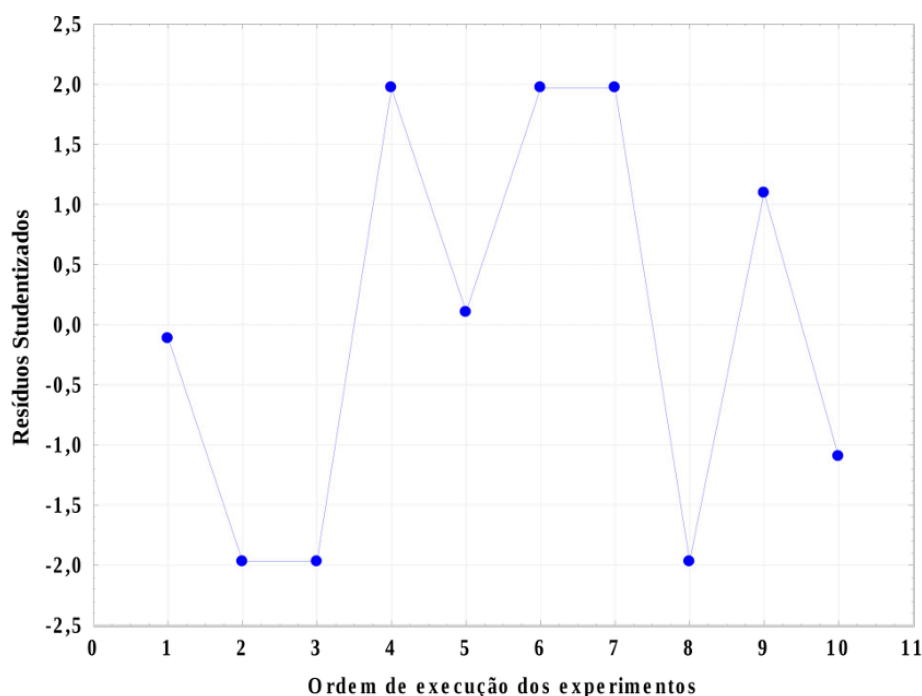
Fonte: Elaborado pelos autores, saída do software TIBCO Statistica®, 2026

O gráfico dos resíduos studentizados em função da ordem de execução dos experimentos, apresentado na Figura 12, mostra uma distribuição aproximadamente aleatória dos pontos ao redor da linha central, sem a presença de padrões sistemáticos ou tendências ao longo da sequência experimental. Observa-se a alternância entre valores positivos e negativos, o que indica ausência de correlação serial entre os resíduos. Além disso, não são identificados agrupamentos ou comportamentos estruturados que possam sugerir a influência de variáveis não controladas durante a realização dos experimentos. Dessa forma, pode-se inferir que a suposição de independência dos erros é atendida, corroborando a adequação do modelo ajustado.

Após a análise dos gráficos de resíduos, que indicaram a adequação do modelo e o atendimento às principais suposições estatísticas, avaliou-se a capacidade preditiva do modelo por meio da comparação entre os valores observados experimentalmente e os valores previstos. Na Figura 13 observa-se que os pontos se

distribuem próximos à linha de identidade (45°), indicando boa concordância entre os valores experimentais e os estimados. A proximidade dos dados em relação à linha ideal evidencia a elevada capacidade preditiva do modelo, sem desvios sistemáticos significativos ao longo da faixa de valores analisada. Pequenas dispersões observadas são esperadas devido à variabilidade experimental inerente ao processo, não comprometendo a qualidade do ajuste. Dessa forma, os resultados confirmam que o modelo é adequado para descrever o comportamento da variável resposta, apresentando boa precisão na predição dos rendimentos dentro das condições estudadas.

Figura 12: Gráfico dos resíduos studentizados em função da ordem de execução dos experimentos.



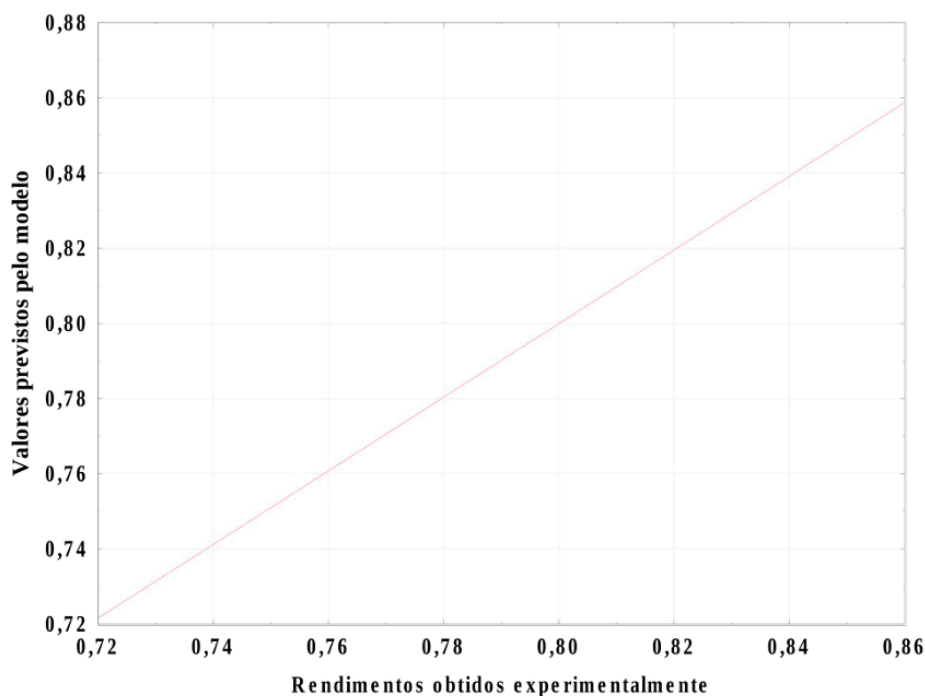
Fonte: Elaborado pelos autores, saída do software TIBCO

Statistica®, 2026

Com base nos resultados da análise de variância, que indicaram a concentração de catalisador (CC) e a temperatura de calcinação (T) como os fatores mais relevantes para o rendimento da reação, foram construídas superfícies de resposta e diagramas de contorno a fim

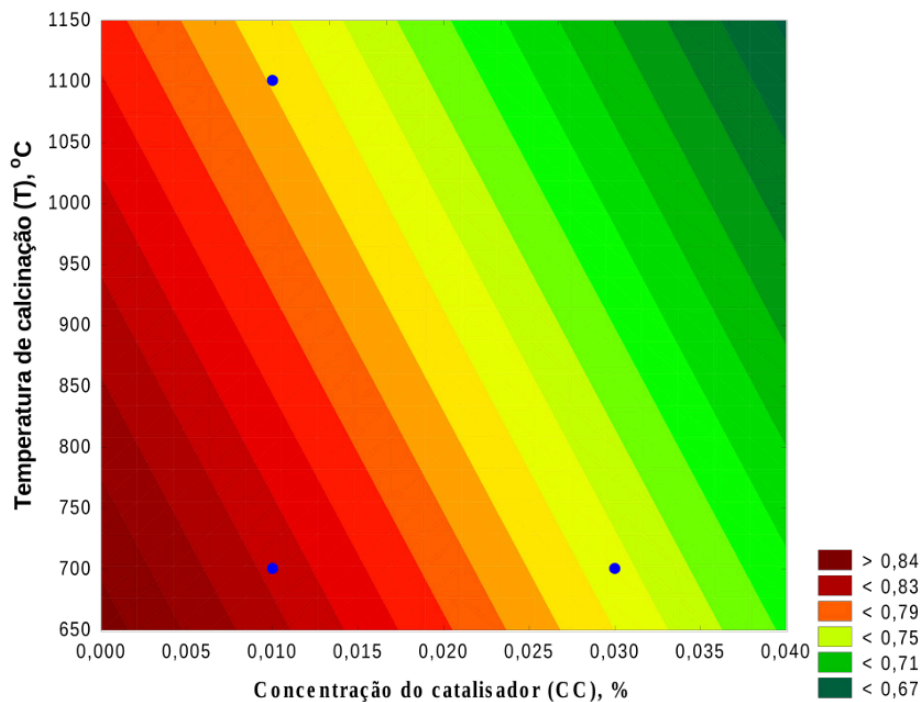
de avaliar o efeito combinado dessas variáveis. Para essa análise, as demais variáveis foram mantidas fixas, considerando as diferentes combinações de tipo de óleo e fonte de catalisador, permitindo uma avaliação mais detalhada da influência das condições operacionais sobre o desempenho do processo. Esses gráficos possibilitam a visualização da região de máxima resposta, bem como a identificação de possíveis interações entre os fatores estudados.

Figura 13: Gráficos de Rendimentos obtidos experimentalmente (□) versus os valores previstos pelo modelo de regressão (---)



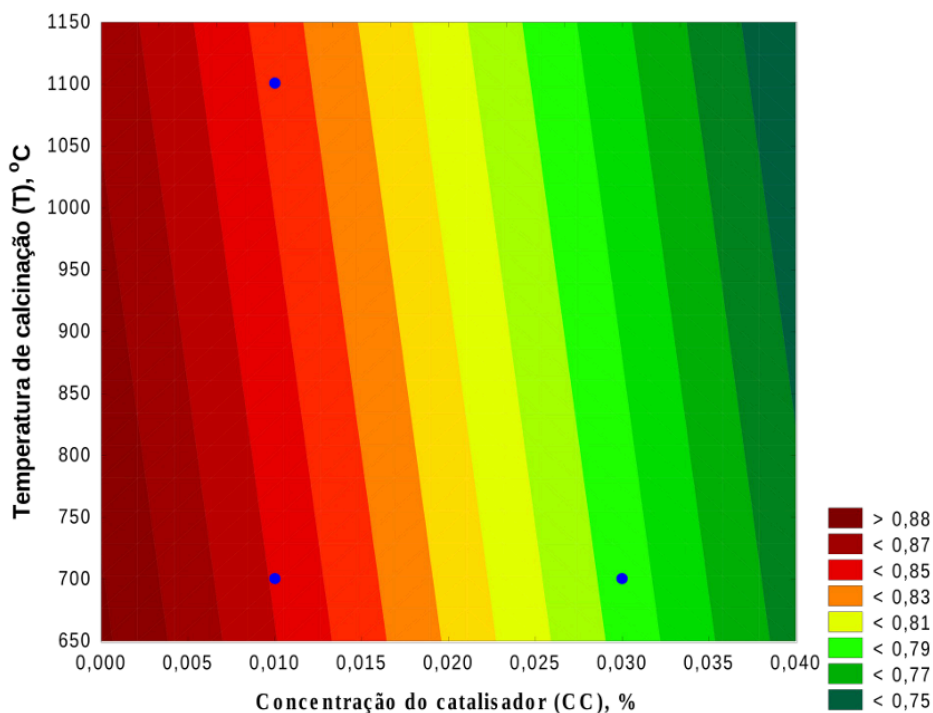
Fonte: Elaborado pelos autores, saída do software TIBCO
Statistica®, 2026

Figura 14: Gráfico de Contorno de T versus CC para a reação com óleo de soja e material recuperado das baterias como catalisador.



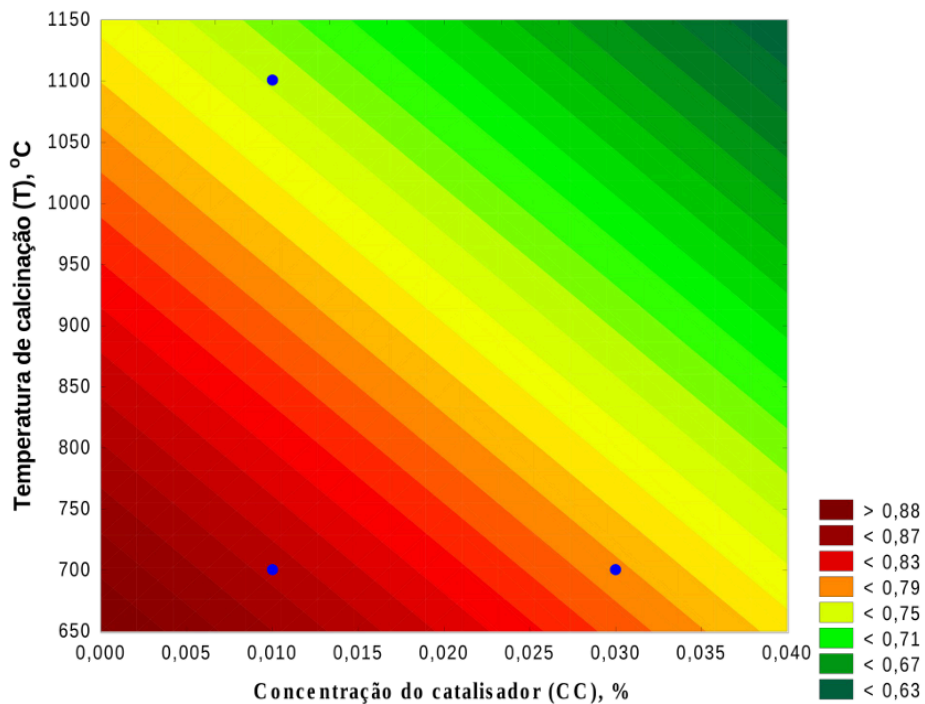
Fonte: Elaborado pelos autores, saída do software TIBCO
 Statistica®, 2026

Figura 15: Gráfico de Contorno de T versus CC para a reação com óleo de canola e material recuperado das baterias como catalisador



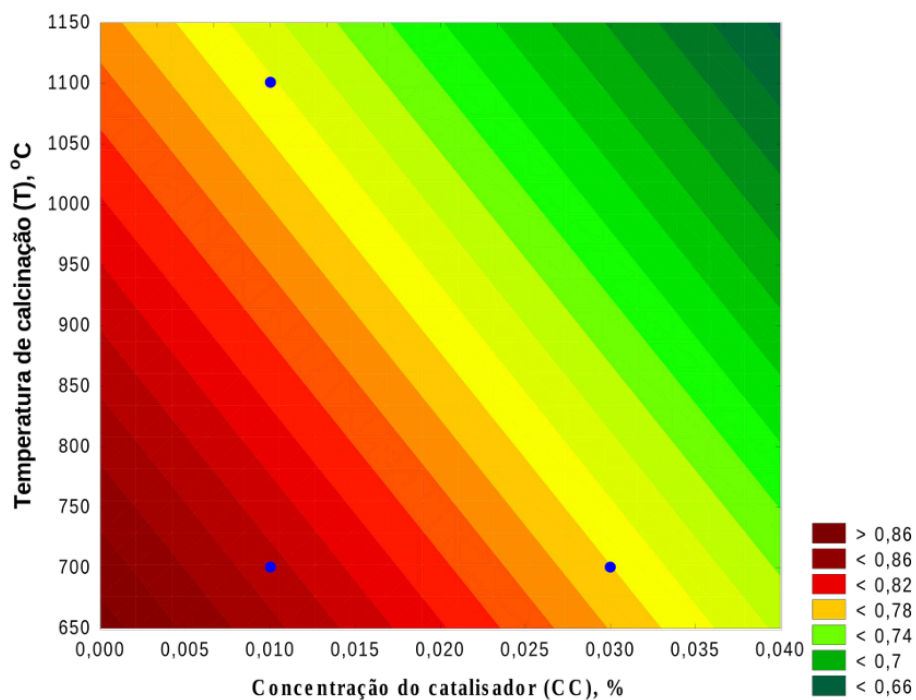
Fonte: Elaborado pelos autores, saída do software TIBCO
 Statistica®, 2026

Figura 16: Gráfico de Contorno de T versus CC para a reação com óleo de soja e catalisador $\text{CoO}/\text{Al}_2\text{O}_3$



Fonte: Elaborado pelos autores, saída do software TIBCO
 Statistica®, 2026

Figura 17: Gráfico de Contorno de T versus CC para a reação com óleo de canola e catalisador $\text{CoO}/\text{Al}_2\text{O}_3$



Fonte: Elaborado pelos autores, saída do software TIBCO
 Statistica®, 2026

Os gráficos de contorno apresentados nas Figuras 14 a 17 evidenciam o efeito combinado da concentração de catalisador (CC) e da

temperatura de calcinação (T) sobre o rendimento da reação, para as diferentes combinações de tipo de óleo e fonte de catalisador. De modo geral, observa-se uma tendência consistente de redução do rendimento com o aumento simultâneo dessas variáveis, sendo as regiões de maior conversão associadas a menores valores de concentração de catalisador e temperatura de calcinação. As faixas de maior rendimento concentram-se na região inferior esquerda dos diagramas, indicando que condições mais brandas de preparo do catalisador favorecem o desempenho do processo.

A comparação entre os sistemas revela comportamento semelhante para ambos os tipos de óleo, reforçando a menor influência dessa variável sobre a resposta. No entanto, diferenças sutis são observadas em função da fonte do catalisador, sendo que, para o material recuperado das baterias, o efeito negativo da temperatura de calcinação se mostra mais pronunciado, em concordância com a interação C-T identificada na análise de variância. Em todos os casos, os diagramas apresentam gradientes aproximadamente lineares, sem a formação de regiões de máximo local pronunciado, indicando que os efeitos principais dominam o comportamento do sistema dentro da faixa experimental estudada.

4. CONCLUSÃO

Os resultados obtidos neste estudo demonstram a viabilidade da utilização de materiais à base de cobalto provenientes da reciclagem de baterias de íon-lítio como catalisadores na produção de biodiesel por transesterificação. Os rendimentos obtidos, na faixa de 74% a 85%, associados a baixos índices de acidez, indicam que os materiais avaliados apresentam desempenho satisfatório sob as condições experimentais estudadas.

A análise estatística evidenciou que a concentração do catalisador (CC) e a temperatura de calcinação (T) são os principais fatores que influenciam o rendimento da reação, ambos com efeitos negativos dentro da faixa avaliada. A interação entre esses fatores também apresentou influência relevante, indicando que o efeito da temperatura depende da quantidade de catalisador utilizada. Por outro lado, a origem do catalisador não apresentou efeito estatisticamente significativo, evidenciando que o material reciclado apresenta desempenho comparável ao catalisador comercial $\text{CoO}/\text{Al}_2\text{O}_3$.

A validação do modelo por meio da análise de resíduos confirmou a adequação do ajuste estatístico, com ausência de padrões sistemáticos, normalidade dos erros e boa capacidade preditiva, corroborada pelo elevado coeficiente de determinação (R^2 ajustado de 90,99%). As superfícies de resposta e os diagramas de contorno permitiram identificar que as melhores condições operacionais estão associadas a menores valores de concentração de catalisador e temperatura de calcinação, reforçando os resultados obtidos pela ANOVA.

De modo geral, os resultados indicam que o reaproveitamento de materiais provenientes de baterias de íon-lítio constitui uma alternativa tecnicamente viável e promissora para aplicação em processos de produção de biodiesel, contribuindo para a valorização de resíduos tecnológicos e para o desenvolvimento de rotas mais sustentáveis no contexto da economia circular. Além disso, o uso de ferramentas estatísticas mostrou-se fundamental para a compreensão do sistema reacional e para a otimização das condições de processo.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e à Fundação Carlos Chagas Filho de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro (FAPERJ) pelo apoio financeiro concedido. Agradecem também à Universidade do Estado do Rio de Janeiro (UERJ) pela infraestrutura e suporte institucional disponibilizados para a realização deste trabalho.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANNIBALDI, V. et al. Policies and incentives for biofuels development: an international perspective. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, v. 119, p. 109561, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.rser.2019.109561>.

BRASIL. Patente BR 11 2024 019306 3. Processo de recuperação de metais de baterias de íon-lítio. 2024.

BOTELHO JUNIOR, A. B. et al. Environmental impacts of cobalt mining. *Journal of Hazardous Materials*, 2021.

COBALT INSTITUTE. *Cobalt market report 2025*. Disponível em: <https://www.cobaltinstitute.org>.

CORNILS, B. et al. *Applied homogeneous catalysis with organometallic compounds*. Weinheim: Wiley-VCH, 2013.

DIAS DE FREITAS, M. et al. Influence of feedstock composition on biodiesel production. *Fuel*, 2022.

INTERNATIONAL CENTRE FOR DIFFRACTION DATA (ICDD). *Powder Diffraction File (PDF-4+)*. Newtown Square, PA, USA, 2023.

JAIN, S. R.; ADIGA, K. C.; PAI VERNEKER, V. R. A new approach to thermochemical calculations of condensed fuel-oxidizer mixtures. *Combustion and Flame*, v. 40, p. 71–79, 1981. DOI: [https://doi.org/10.1016/0010-2180\(81\)90111-5](https://doi.org/10.1016/0010-2180(81)90111-5).

MANDARI, V.; DEVARAI, S. Biodiesel production using heterogeneous catalysts: a review. *Renewable Energy*, 2021.

MONTGOMERY, D. C. *Design and analysis of experiments*. 10. ed. New York: Wiley, 2019.

NIKOLIĆ, I. et al. Vegetable oils in biodiesel production: kinetic and stability aspects. *Energy Conversion and Management*, 2025.

OJANEN, S.; LUNDSTRÖM, M.; SANTASALO-AARNIO, A.; SERNA-GUERRERO, R. Challenging the concept of electrochemical discharge using salt solutions for lithium-ion batteries recycling. *Waste Management*, v. 76, p. 242–249, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2018.03.039>.

ROZINA, R.; AHMAD, M.; ALRUQI, M.; ZAFAR, M. Cleaner production of biodiesel from novel and non-edible seed oil of *Chamaerops humilis* using recyclable cobalt oxide nanoparticles: a contribution to a resilient and sustainable world. *Journal of Cleaner Production*, v. 369, p. 133378, 2022. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.133378>.

RUPOLO, M. Catalisadores heterogêneos na produção de biodiesel. *Journal of Cleaner Production*, 2022.

SHRIVASTAVA, P.; GUPTA, J.; BHATT, R.; VETAL, A. S. Catalytic performance of Co:Ni mixed oxide based catalyst for green fuel synthesis from biomass derived *Citrullus colocynthis* oil. *Catalysis Research*, v. 5, n. 1, 2025. DOI: <https://doi.org/10.21926/cr.2501002>.

TWIGG, M. V. *Catalyst handbook*. London: Wolfe Publishing, 1989.

ZAVARISE, G. et al. Políticas públicas e o desenvolvimento do biodiesel no Brasil. *Revista de Política Agrícola*, v. 30, n. 2, p. 45–60, 2021.

Autores do Laboratório de Processos Industriais e Nanotecnologia
(LPIN) da Universidade do Estado do Rio de Janeiro (UERJ).