

## Plan Overview

---

*A Data Management Plan created using DMPTool*

**DMP ID:** <https://doi.org/10.48321/D1Q642>

**Title:** GRELE+:ESTRATÉGIAS PROCESSÁVEIS POR SOLVENTE VERDE PARA FUNCIONALIZAR O ÁCIDO LEVULÍNICO E PRODUZIR INTERMEDIÁRIOS QUÍMICOS DE ALTO VALOR AGREGADO

**Creator:** Laura Plazas Tovar - **ORCID:** [0000-0003-1001-9250](https://orcid.org/0000-0003-1001-9250)

**Affiliation:** Universidade Federal de São Paulo (unifesp.br)

**Principal Investigator:** Laura Plazas Tovar, Andrea Komesu, Romilda Fernandez Felisbino, Eduardo Delloso Penteadó, Eliezer Ladeia Gomes

**Contributor:** José Fernando Cuadros Bohórquez, Juliana Bahú

**Funder:** National Council for Scientific and Technological Development (cnpq.br)

**Template:** Digital Curation Centre (português)

### **Project abstract:**

Notably, the olefination of the ketone group of levulinic acid (ALE) is a promising pathway for producing alkenoic acids – with biological and pharmaceutical importance. In derivatization via the functionalization of its carboxyl group, little has been demonstrated about the synthesis of alkenoic acids from ALE. Current work should focus on developing selective, efficient, and sustainable systems. In this project, a synthetic process of alkenoic acids by means of a multicomponent Wittig reaction, highly efficient, practical, and ecologically correct, must be developed. A mechanistic pathway with green solvents (e.g., bio-solvents) combines Wittig's reagent production and ALE olefination. Optimal conditions and their impact on one-pot reaction yield and selectivity must be analyzed. The integration of technical-economic analysis and life cycle assessment will allow for assessing the sustainability of the process. Green solvents target their hydroxyl group to stabilize the nucleophile. This is a major discovery for a green olefination pathway of ketone-carbonyl compounds in a biorefinery model

**Start date:** 03-01-2024

**End date:** 02-28-2027

**Last modified:** 07-26-2023

**Copyright information:**

The above plan creator(s) have agreed that others may use as much of the text of this plan as they would like in their own plans, and customize it as necessary. You do not need to credit the creator(s) as the source of the language used, but using any of the plan's text does not imply that the creator(s) endorse, or have any relationship to, your project or proposal

---

# GRELE+:ESTRATÉGIAS PROCESSÁVEIS POR SOLVENTE VERDE PARA FUNCIONALIZAR O ÁCIDO LEVULÍNICO E PRODUZIR INTERMEDIÁRIOS QUÍMICOS DE ALTO VALOR AGREGADO

## Coleta de Dados

---

### Que dados serão coletados ou criados?

#### Os dados do Desafio 1: Desempenho de solventes verdes na formação do sal de Wittig

Conceitual sobre a seleção de solventes verdes

Sistema reacional para a obtenção de BETFF utilizando solventes convencionais

Análise da sustentabilidade da produção do sal de Wittig

Recuperação do solvente verde e avaliação do reciclo (reuso)

Análise comparativa do rendimento da reação na formação do sal de Wittig

#### Os dados do Desafio 2: Otimização da produção do intermediário químico BETFF

Rendimento da reação one-pot

Modelo do processo

Aplicação de técnicas de otimização

Análise econômica

Análise de ciclo de vida

#### Os dados do Desafio 3: Síntese one-pot de ácidos alcenóicos

Análise da influência da temperatura de olefinação

Conceitual e entendimento da formação do ilídeo

Tempo de olefinação

Definição da rota química da funcionalização do ácido levulínico para ácidos alcenóicos via processo sustentável

Caracterização dos produtos da reação

Avaliação do rendimento da reação

#### Os dados do Desafio 4: Potencial do ácido levulínico derivado do melaço da cana-de-açúcar ácidos alcenóicos

Produção do ácido levulínico a partir do melaço de cana-de-açúcar

Neutralização e purificação/concentração

Síntese one-pot de ácidos alcenóicos

Análise do potencial (técnico e econômico) e determinação de parâmetros de processo

## Como os dados serão coletados ou criados?

A obtenção e coleta de dados está contemplada em (10) pacotes de trabalho (WPs). O grupo emergente, as suas colaborações e parcerias permitem a interação com uma equipe de profissionais diversificada com o objetivo de alavancar os bio-solventes da biorrefinaria na funcionalização do ácido levulínico em ácidos alcenóicos (WP1). A identificação de novos potenciais solventes será realizada em três fases. A primeira será determinar uma série de solventes (polares próticos e apróticos, além dos biosolventes obtidos sobre o conceito de biorrefinaria: etanol, butanol, n-propanol, isopropanol) que poderiam ser usados para atender aos requisitos do processo (WP2). Em seguida, uma triagem sistemática de solventes, combinando as propriedades físicas e sua adequação na avaliação de desempenho do processo, segurança e impacto ambiental, será apresentada e posteriormente aplicada à produção de sais de fôsfonio como intermediário farmacêutico requerido na reação de olefinação (WP3). Na terceira fase, objetiva-se a preencher a lacuna de conhecimento, investigando a atratividade econômica da produção de sais de fôsfonio com base na otimização multiobjetivo ao considerar o potencial solvente selecionado nas duas primeiras fases. A razão molar solvente:trifenilfosfina e temperatura do processo serão analisados (WP4, WP5). Questões mais amplas sobre as condições ótimas e o seu impacto no rendimento da reação one-pot e seletividade devem ser indagados em detalhe. Além disso, a integração da análise técnico-econômica e avaliação do ciclo de vida para o projeto de processo sustentável será importante para avaliar o potencial das estratégias investigadas de solventes verdes (WP5, WP6). Também, a recuperação do solvente verde residual (em evaporador rotativo sob alto vácuo) para reutilização se apresenta como uma alternativa para melhorar o conceito de sustentabilidade do processo (WP8). O potencial sintético desta estratégia, é utilizado como procedimento alternativo à reação de Wittig convencional e, sob condições ótimas, funcionalizar o ácido levulínico, proveniente da indústria açucareira (WP7), em ácidos alcenóicos via olefinação.

Na olefinação (WP9), será considerada uma mistura reacional de base (ou carbonato) e sal de fôsfonio, na razão molar de 1:2, termostaticada (a 80 °C) e sob agitação durante um período reacional de 5 h, objetivando garantir da formação do ilídeo no solvente verde mais vantajoso. Posteriormente, ácido levulínico em relação estequiométrica à sal de fôsfonio será adicionado ao sistema. A mistura continuará sob agitação a 80 °C e sob refluxo contínuo a 10 °C por 20 h. A solução combinada de ácido alcenóicos será concentrada e analisada. Uma vez estabelecida as condições de obtenção do produto desejado (ácido 4-metil-hex-4-enóico), os parâmetros de processo razão de fosfina:base e temperatura de olefinação deverão ser otimizados por meio de modelos reduzidos acoplados a estratégias de otimização (algoritmos genéticos-GA) (WP10). As faixas dessas condições de reação serão avaliadas de acordo com a reportes da literatura e os princípios da química verde, sendo estas: razão de fosfina:base, 1 a 4; tempo de formação do ilídeo, 2,5 a 20 horas; temperatura de olefinação, 60 a 120 °C.

Para demonstrar o uso eficiente de reagentes e energia, a eficiência da reação, a eficiência de massa do processo, o uso de vapor e o uso de energia serão estimados para o processo com base nos resultados da simulação. A avaliação do impacto da sustentabilidade será realizada através da análise de ciclo de vida (ACV) (WP10). O ACV será realizado usando o ambiente de modelagem OpenLCA. Dados de processo

serão obtidos a partir do desenvolvimento experimental e computacional dos diferentes WPs. Caso não seja medido algum parâmetro, ele será obtido no banco de dados de inventário de ciclo de vida (ICV) da Ecoinvent (v.3.5). A avaliação do impacto do ciclo de vida (AICV) será realizada usando o método ReCiPe. Os resultados serão interpretados e sua consistência será avaliada.

## Documentação e Metadados

---

### Que documentação e metadados acompanharão os dados?

Principalmente os documentos que acompanharão a coleta de dados são

- Planilhas de excel
- Resultados de analisadores analíticos
- Fotos dos experimentos
- Relatórios científicos
- Cópia das publicações científicas
- Cópia dos trabalhos apresentados nas conferências científicas

Entretanto, o plano para promoção, popularização e divulgação científica e tecnológica será realizada pelos produtos das atividades de formação de recursos humanos, das atividades de apropriação social do conhecimento, e das atividades de geração do conhecimento (Tabela 1).

Tabela 1 – Produtos para a disseminação dos resultados

Subtipo	Produto ou documento	Descrição	Qtd.
Produtos das atividades de recursos humanos			
Alunos de iniciação científica	Termo de outorga ou registro de projetos individuais e relatório de atividades	01: Rota sustentável para a olefinação do ácido levulínico 02: Estudo computacional da purificação do sal de wittig e recuperação do solvente 03: Análise de ciclo de vida da produção do Salt de Wittig	3

Alunos de trabalho de conclusão de curso	Documento que atesta o trabalho de conclusão de curso realizado pelo aluno de graduação no âmbito do projeto	01: Estudo computacional da purificação do ácido levulínico e prospecção tecnológica de intermediários químicos no contexto de biorrefinaria	1
Aluno de mestrado vinculado ao projeto de pesquisa	Documento que comprova que o trabalho de mestrado é realizado no âmbito do projeto, emitido pela instituição. Orientador e coorientador serão membros da equipe emergente	01: Conversão catalítica sintética do ácido levulínico em intermediários químicos de valor agregado utilizando bio-solventes: Projeto conceitual e análise de ciclo de vida	1
Produtos das atividades de apropriação social do conhecimento			
Apresentação de pôster ou apresentação oral / evento científico	Certificado de participação (pôster) do(s) executor(es) do projeto	Participação em congressos, simpósios ou conferências	2
Mini-curso/ação extensionista	Lista de participantes	Mini-curso ou ação extensionista sobre a química verde, sustentabilidade e integração energética	2
Produtos das atividades de geração do conhecimento			

Artigos no qualis A1 – B1	Artigo original (cópia ou carta de aceitação/submissão) em periódico indexado	<p>O artigo 1º abordará a triagem de solventes (salientando o potencial de solventes verdes) na produção do sal de Wittig. Aspectos econômicos e ambientais serão analisados</p> <p>O artigo 2 abordará a análise de ciclo de vida da produção ótima do sal de Wittig e posterior olefinação do ácido levulínico maximizando o reuso de solvente</p> <p>O artigo 3 abordará o potencial do ácido levulínico derivado do melaço da cana-de-açúcar, em condições ótimas, em um sistema reacional processável por solvente verde para conseguir a funcionalização do ácido levulínico em ácidos alcenóicos.</p>	3
---------------------------	---	--	---

## Ética e Conformidade Legal

---

### Como você administrará qualquer questão ética?

De acordo com a Resolução nº 200/2021/Conselho Universitário, o projeto será submetido via SEI para assinatura do chefe de departamento no documento DECLARAÇÃO\_PROJ. PESQ. SEM ENVOLV.HUMANOS/ VERTEBS

### Como você vai gerenciar os direitos autorais e os direitos de propriedade intelectual (IP / IPR)?

Os direitos autorais serão gerenciados seguindo os documentos de boas práticas científicas.

Caso alguns dos dados forem ficar ficar disponíveis pode-se colocar uma licença creative commons [https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/deed.pt\\_BR](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/deed.pt_BR)

## Armazenamento e Backup

---

### Como os dados serão armazenados e terão backup durante a pesquisa?

- Repositório de dados da UNIFESP: <https://repositoriodedados.unifesp.br/>
- Repositório pessoal no onedrive (assinatura pessoal)

### Como você vai gerenciar o acesso e a segurança?

- A equipe de TI da UNIFESP.
- Login e senha de Laura Plazas Tovar ao repositório da UNIFESP.

No repositório de dados, é possível que o gerenciamento seja realizado pelo próprio pesquisador e apenas as pessoas que ele autorizar poderão ter acesso aos dados.

Para mais informações: <https://bibliotecas.unifesp.br/menu-servicos#rdp-unifesp>

- Login e senha de Laura Plazas Tovar ao onedrive

## Seleção e Preservação

---

### Quais dados são de valor a longo prazo e devem ser mantidos, compartilhados e / ou preservados?

- Os dados de um processo para produzir sais de fosfônio e ácidos alcenóicos compreendendo a conversão desses intermediários químicos sobre o conceito de biorrefinaria.

O processo para produzir sais de fosfônio e ácidos alcenóicos permitirá vantajosamente converter o ácido levulínico, de acordo com o conceito de biorrefinaria, uma vez que este pode ser obtido por meio de resíduos agroindustriais, em vez de usar fontes fósseis.

- Os dados da síntese one-pot eficaz, onde várias transformações sintéticas e etapas de formação de ligações durante a produção de ácidos alcenóicos poderão ser realizadas em um único sistema.

No que se refere à eficiência, a síntese one-pot pode, assim, minimizar o desperdício de produtos químicos, economizar tempo e simplificar os aspectos práticos. Tal estratégia também pode melhorar o custo da rota, alinhando-se aos princípios da química verde/sustentável.

- Dados sobre a perspectiva de aplicação da estratégia de processamento com solvente verde (ou biosolvente) para a formação do reagente de Wittig e a olefinação do ácido levulínico (envolvendo a formação de um ílideo de fósforo e reatividade química do grupo carbonila cetônico), bem como a recuperação de solvente residual para reutilização no sistema.

Solventes verdes, ou biossolventes, são ecologicamente corretos, uma vez que são derivados do processamento de culturas agrícolas, podendo ser produzidos de modo sustentável e com reduzida toxicidade. Ainda, a recuperação e reutilização do solvente oferece um benefício duplo: custos de eliminação de resíduos e custos químicos reduzidos.

- Dados das condições operacionais otimizadas para a reação de Wittig objetivando a olefinação do ácido levulínico com BETFF.



As condições operacionais a serem investigadas são: razão fosfina:base, tempo de formação do ilídeo, temperatura de olefinação, condição de refluxo.

### **Qual é o plano de preservação a longo prazo do conjunto de dados?**

Serão mantidos e compartilhados pelo repositório da UNIFESP e seguindo as diretrizes da CNPq, no caso de algum resultado de propriedade intelectual.

## **Compartilhamento de Dados**

---

### **Como você vai compartilhar os dados?**

A equipe depositará no repositório de dados da UNIFESP. Também, os dados serão compartilhados através do onedrive através de solicitações de dados diretamente .

Os métodos usados dependerão de vários fatores, como tipo, tamanho, complexidade e sensibilidade dos dados.

Cuando houver potencial para reutilização de dados, os dados serão compartilhados na sua forma, fonte ou formato original,

### **Existem restrições ao compartilhamento de dados requeridos?**

Não.

## **Responsabilidades e Recursos**

---

### **Quem será responsável pelo gerenciamento de dados?**

O gerenciamento dos dados é realizado pelo próprio pesquisador com orientações e abertura de coleções pela oordenadoria da Rede de Bibliotecas

A resposnabilidade de gerenciar o acesso aos dados através do onedrive é da docente pesquisadora Profa. Dra. Laura Plazas Tovar.

### **Quais recursos você precisará para entregar seu plano?**

RECURSO FÍSICO:

Infraestrutura institucional necessária, parque de equipamentos anexo ao projeto e equipamentos adquiridos com recurso financeiro do projeto.

#### RECURSO INTELECTUAL:

Softwares, protocolos de laboratório, ambientes digitais da instituição (google workspace assinados pela UNIFESP e onedrive assinado pela Profa. Dra. Laura Plazas Tovar), habilidades de trabalho de pesquisa da equipe executora (recurso humano).

#### RECURSO HUMANO:

Equipe executora cadastrada no projeto e na plataforma Carlos Chagas, responsável pela execução e gerenciamento do projeto.

Analistas dos laboratórios multiusuários da instituição.

#### FINANCEIRO:

O projeto até a data consta com apoio financeiro relativo à bolsa (Modalidade: Iniciação Tecnológica – IT, PIBITI) relacionada ao termo de concessão e aceitação de apoio financeiro do projeto N° 162646/2022- 4 assinado eletronicamente pelo beneficiário Giovanni Biscardi de Simone (CPF N°: 496.896.828- 06). Inicialmente a bolsa de longa duração foi de R\$ 4.400,00. Entretanto, passou por reajuste. A coordenadora do projeto, solicitou a renovação da bolsa do aluno Giovanni Biscardi de Simone.

Também o projeto está pleitando, através da Chamada CNPq/MCTI N° 10/2023 - UNIVERSAL, R\$82.500,00.

Os itens financiáveis solicitados são:

Custeio: R\$2.200,00

Capital: R\$55.100,00

Bolsas: R\$25.200,00

## Planned Research Outputs

Text - "Produtos das atividades de formação de recursos humanos"

Subtipo	Produto	Descrição	Quantidade	Beneficiário
<b>Produtos das atividades de formação de recursos humanos</b>				
Aluno de iniciação científica e/ou treinamento técnico	Contrato ou registro de projetos individuais e relatório de atividades	01: Rota sustentável para a olefinação do ácido levulínico 02: Estudo computacional da purificação do sal de wittig e recuperação do solvente 03: Análise de ciclo de vida da produção do Salt de Wittig	3	Comunidade científica nacional
Alunos de trabalho de conclusão de curso	Documento que atesta o trabalho de conclusão de curso realizado pelo aluno de graduação no âmbito do projeto	01: Estudo computacional da purificação do ácido levulínico e prospecção tecnológica de intermediários químicos no contexto de biorrefinaria	1	Comunidade científica nacional

Aluno de mestrado vinculado ao projeto de pesquisa	Documento que comprova que o trabalho de mestrado é realizado no âmbito do projeto, emitido pela instituição	01: Conversão catalítica sintética do ácido levulínico em intermediários químicos de valor agregado utilizando bio-solventes: Projeto conceitual e análise de ciclo de vida	1	Comunidade científica nacional e internacional
--	--	---	---	--

### Event - "Produtos das atividades de apropriação social do conhecimento"

Subtipo	Produto	Descrição	Quantidade	Beneficiário
<b>Produtos das atividades de apropriação social do conhecimento</b>				
Apresentação de pôster ou apresentação oral / evento científico	Certificado de participação (pôster) do(s) executor(es) do projeto	Participação em congressos, simpósios ou conferências	2	Comunidade científica nacional e internacional
Mini-curso/ação extensionista	Lista de participantes	Mini-curso ou ação extensionista sobre a química verde, sustentabilidade e integração energética	2	Setor da indústria

### Data paper - "Produtos das atividades de geração do conhecimento"

Subtipo	Produto	Descrição	Quantidade	Beneficiário
<b>Produtos das atividades de geração do conhecimento</b>				
Artigos no qualis A1 – B1	Artigo original (cópia ou carta de aceitação/submissão) em periódico indexado	<p>O artigo 1º abordará a triagem de solventes (salientando o potencial de solventes verdes) na produção do sal de Wittig. Aspectos econômicos e ambientais serão analisados</p> <p>O artigo 2º abordará a análise de ciclo de vida da produção ótima do sal de Wittig e posterior olefinação do ácido levulínico maximizando o reuso de solvente</p> <p>O artigo 3º abordará o potencial do ácido levulínico derivado do melaço da cana-de-açúcar, em condições ótimas, em um sistema reacional processável por solvente verde para conseguir a funcionalização do ácido levulínico em ácidos alcenóicos.</p>	3	Comunidade científica nacional e internacional

---

### Planned research output details

Title	Type	Anticipated release date	Initial access level	Intended repository(ies)	Anticipated file size	License	Metadata standard(s)	May contain sensitive data?	May contain PII?
Produtos das atividades de formação de recursos hu ...	Text	Unspecified	Open	None specified		None specified	None specified	No	No
Produtos das atividades de apropriação social do c ...	Event	Unspecified	Open	None specified		None specified	None specified	No	No
Produtos das atividades de geração do conhecimento	Data paper	Unspecified	Open	None specified		None specified	None specified	No	No