



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE E CIÊNCIAS INTEGRADAS DO PONTAL
CURSO DE GRADUAÇÃO EM QUÍMICA



Rua Vinte, 1600. Bairro Tupã. CEP 38304-402, Ituiutaba / MG

Maria Angélica Ribeiro Bugati

**OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE OBTENÇÃO DE ÉSTERES METÍLICOS A
PARTIR DE ÓLEO RESIDUAL DE SOJA.**

ITUIUTABA

2017

Maria Angélica Ribeiro Bugati

**OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE OBTENÇÃO DE ÉSTERES METÁLICOS A
PARTIR DE ÓLEO RESIDUAL DE SOJA.**

Monografia de Conclusão de Curso apresentada à
Comissão Avaliadora como parte das exigências
do Curso de Graduação em Química: Bacharelado
da Faculdade de Ciências Integradas do Pontal da
Universidade Federal de Uberlândia.

Orientador: Prof. Dr. Hugo de Souza Rodrigues

Co-orientador: Prof. Dr. Nilson Roberto Pereira

ITUIUTABA

2017

Maria Angélica Ribeiro Bugati

**OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE OBTENÇÃO DE ÉSTERES METÁLICOS A
PARTIR DE ÓLEO RESIDUAL DE SOJA.**

Monografia de Conclusão de Curso apresentada à Comissão Avaliadora como parte das exigências do Curso de Graduação em Química: Bacharelado da Faculdade de Ciências Integradas do Pontal da Universidade Federal de Uberlândia.

Ituiutaba, 13 de dezembro de 2017

COMISSÃO AVALIADORA:

Prof. Dr. Anizio Marcio de Faria

Prof. Dr. Hugo de Souza Rodrigues (Orientador)

Prof. Dr. Nilson Roberto Pereira (Co-Orientador)

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho primeiramente a Deus, por ser essencial em minha vida, autor do meu destino, meu guia, socorro presente na hora da angústia, que permitiu que tudo isso acontecesse, ao longo de minha vida, e não somente nestes anos como universitária, mas que em todos os momentos é o maior ser divino que alguém pode conhecer.

Dedico aos meus amados pais João Batista Bugati e Dirlene Ribeiro. Pai a sua presença significou segurança e certeza de que não estou sozinha nessa caminhada que apesar de todas as dificuldades me fortaleceu e que para mim foi muito importante. Mãe seu cuidado e dedicação foi o que deram, em alguns momentos, a esperança para seguir; heroína que me deu apoio, incentivo nas horas difíceis de desânimo e cansaço. A vocês dois por não medirem esforços para que eu chegasse até esta etapa de conclusão de curso ou em qualquer etapa da minha vida. Valeu a pena toda distância, todo sofrimento, todas as renúncias. Valeu a pena esperar. Esta vitória é muito mais de vocês do que minha.

Dedico ao meu amado irmão Carlos Eduardo Ribeiro Bugati por sempre mostrar que podemos seguir a vida sorrindo e torcendo pelo meu bem querer, assim como meu sucesso. Em especial ao meu amado irmão João Batista Bugati Junior por me aconselhar, conversar, incentivar a nunca desistir em nada nessa vida e principalmente por acreditar no meu potencial e muitas das vezes me entender quando que para muitos não conseguia o mesmo.

Dedico a minha irmãzinha Emilly Eduarda Canaverde por surgir em nossas vidas e mostrar o quanto é lindo amar e ser amado por um ser tão pequeno de coração puro, tornando nossas vidas mais coloridas.

Dedico em memória dos meus amados avós Bartolo Bugati, Nazaré Mariana Bugati, Vitor Ribeiro, que partiram dessa para melhor ao lado do nosso Pai e que mesmo não estando mais presentes sempre estão olhando e rezando por mim. Em especial a minha amada avó Maria José Ribeiro por me ceder um abrigo em sua casa durante minha graduação, me amar, cuidar, ter paciência, agradecer, me inserir em suas orações e acreditar em minha capacidade.

Dedico ao meu melhor amigo, meu namorado e meu amor Gilberto Neto, a pessoa que amo partilhar a vida. Com você tenho me sentindo mais viva de verdade.

Obrigada pela paciência, pelo incentivo, pela força, pelo cuidado e principalmente pelo amor, carinho transmitido a mim; E pela sua capacidade de me trazer paz na correria da vida.

Dedico a todos meus familiares que reside em vários locais do Brasil, que direta ou indiretamente fizeram parte da minha formação e torceram sempre para o meu sucesso.

AGRADECIMENTOS

Agradeço aos meus amigos e colegas que tive oportunidade de conhecer na faculdade, em especial Verônica Zago em que nos momentos mais felizes e tristes que um universitário possa passar esteve ao meu lado me dando toda ajuda e apoio necessário; à Camilla Duarte que tanto me ajudou a estudar nas matérias que tive mais dificuldade durante o curso, pela sua amizade e momentos felizes que passamos juntas; à Camilla Rodrigues pela amizade durante o curso e fora do curso; a Mayara Martins que pelo pouco tempo de convivência demonstrou ser uma amiga de conversas e conselhos maravilhosos; a minha psicóloga Vanessa Pereira que durante o curso sempre me orientando a seguir o melhor caminho e não desistir dos meus objetivos; aos meus amigos de curso em especial: Marcela Kraüss, Allyson Leandro, Andreia Cristina, Daniel Cabecione, Lorena Patricia, Marcos Vinícius, Aldo Renan, Mateus Souza, Mayara Rabelo, Thayná Oliveira, Verônica Gama, Adelaine Alves, Ricardo Martins, Carlos Augusto, Sara Belntz, Jordy Carneiro, Natalia Silva, Rodolfo Pontes, Diêgo Medeiros e aos demais não citados pelos momentos de amizade, risadas e comemorações compartilhadas; as minhas amigas de outro curso: Victória de Souza, Delles de Lean e Thayná Miranda pela amizade e acolhimento de família; aos meus amigos fora da faculdade: Melanie Castro, Yagho Fagundes, Pedro Miranda, Luan Regis, Ian Gois pelo carinho, amizade, companheirismo e altas risadas compartilhadas.

Agradeço ao meu co-orientador Professor Dr. Nilson Roberto Pereira pelo ensino, atenção, paciência, dedicação, amizade e por acreditar na minha capacidade para que eu pudesse concluir esta etapa final do curso.

Ao orientador Dr. Hugo de Souza Rodriguez pela paciência, auxílio e sabedoria disposta neste trabalho, sendo o alicerce para o desenvolvimento deste projeto pelo tempo excedido em ajuda e ensinamentos transmitidos em suas aulas.

Agradeço ao Professor Dr. Anisio Marcio de Faria pelo apoio e, principalmente pela disponibilidade de nos ensinar a trabalhar com o cromatógrafo.

Agradeço a equipe profissional da UFU: Lidiane Reis, Cristiane Silva e Heliana Franco pela atenção e carinho em que estive pesquisando em sala de aula e no laboratório.

Eu tentei 99 vezes e falhei, mas na centésima tentativa eu consegui, nunca desista de seus objetivos mesmo que esses pareçam impossíveis, a próxima tentativa pode ser vitoriosa.

(Albert Einstein)

RESUMO

O material mais utilizado para a produção de biodiesel no Brasil é o óleo refinado de soja. Sendo assim, a otimização da obtenção de biodiesel a partir de óleos residuais pode ser considerado um procedimento de grande importância, pois uma das etapas mais dispendiosas do processo de produção de biodiesel é a obtenção da matéria prima. As etapas essenciais para a consolidação da pesquisa esteve compreendida entre a obtenção do óleo, preparo do mesmo para a submissão das reações químicas, determinação das características físico-químicas do óleo após o preparo do mesmo, obtenção do biodiesel e análises físico-químicas do produto obtido e tratamento estatístico da resposta estabelecida (teor de ésteres). O óleo utilizado apresentou um teor de ácido graxo livre de 3,6%. Os resultados para as análises das características físico-químicas feitas no biodiesel foram: $4,1 \text{ mm}^2\text{s}^{-1}$ para a viscosidade cinemática; a faixa de $0,740 - 0,791 \text{ g mL}^{-1}$ para a densidade absoluta; índice de acidez de $0,41 \text{ mgKOH/g}$ e índice de peróxido de $16,1 \text{ meq/100g}$ de óleo. Com relação ao teor de éster do biodiesel obtido observou-se que o maior rendimento se deu quando a reação foi realizada à temperatura igual a 26°C ; a concentração de catalisador de 0,5 % e a razão molar álcool:óleo de 6,0. Analisando as superfícies de respostas entende-se que podem ser conseguidos maiores rendimentos quando as reações forem feitas em temperaturas abaixo de 29°C , concentração do catalisador entre 1,0 % e 1,5 % e razão molar álcool/óleo abaixo de 7,6. O único fator que exerce efeito linear sobre o aumento de teor de ésteres no biodiesel obtido de forma significativa foi o efeito da temperatura. Quanto aos efeitos quadráticos, apenas a interação entre a temperatura e a concentração do catalisador apresentou significância estatística.

Palavras-chaves: Biodiesel, transesterificação, óleo residual.

ABSTRACT

The most used material for the production of biodiesel in Brazil is refined soybean oil. Therefore, the optimization of the biodiesel production from waste oils can be considered a procedure of great importance, since one of the most costly stages of the biodiesel production process is the obtaining of the raw material. The essential steps for the consolidation of the research included the preparation of the oil, the preparation of the same for the submission of the chemical reactions, determination of the physicochemical characteristics of the oil after the preparation of the oil, obtaining the biodiesel and physical-chemical analyzes of the product obtained and statistical treatment of the established response (esters content). The oil used had a free fatty acid content of 3.6%. The results for the analyzes of the physicochemical characteristics of biodiesel were: 4.1 mm²s⁻¹ for kinematic viscosity; the range of 0.740-0.791 g/mL for the absolute density; acid value of 0.41 mg KOH / g and peroxide index of 16.1 meq / 100 g of oil. With respect to the ester content of the biodiesel obtained it was observed that the highest yield occurred when the reaction was carried out at a temperature equal to 26 ° C; the catalyst concentration of 0.5% and the molar ratio alcohol: oil of 6.0. Analyzing the response surfaces it is understood that higher yields can be achieved when reactions are carried out at temperatures below 29 ° C, catalyst concentration between 1.0% and 1.5% and alcohol / oil molar ratio below 7.6 . The only factor that exerts a linear effect on the increase of ester content in biodiesel obtained in a significant way was the effect of temperature. As for the quadratic effects, only the interaction between the temperature and the catalyst concentration presented statistical significance.

Keywords: Biodiesel, transesterification, residual oil

LISTA TABELAS

Tabela 1. Valores dos níveis dos fatores para obtenção do BMOSR.	28
Tabela 2. Valores para as características físico-químicas analisadas do OSR	35
Tabela 3. Valores para as características físico-químicas analisadas do BMORS	36
Tabela 4. Matriz do planejamento experimental e respostas em teor de ésteres	37

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Representação da equação geral da esterificação de um ácido graxo com glicerol para a formação de um triglicerídeo.....	16
Figura 2. Principais ácidos graxos compostos nos óleos e gorduras	17
Figura 3. Representação geral da reação de transesterificação	19
Figura 4. Fluxograma do processo para a produção de biodiesel através de transesterificação alcalina homogênea.	20
Figura 5. Mecanismo da reação de transesterificação por catálise alcalina.	21
Figura 6. Fluxograma geral descrevendo as etapas desenvolvidas	24
Figura 7. Sistema utilizado para filtrar as impurezas presentes no óleo residual de soja25	
Figura 8. Sistema utilizado para a determinação do índice de acidez	26
Figura 9. Sistema adaptado para realizar a reação de transesterificação	29
Figura 10. Sistema utilizado para realizar a separação das fases	30
Figura 11. Sistema utilizado para a lavagem da fase contendo o biodiesel.....	30
Figura 12. Sistema utilizado para a secagem do biodiesel	31
Figura 13. Sistema utilizado para determinar a viscosidade cinemática	32
Figura 14. Diagrama de Pareto para os efeitos dos fatores sobre o rendimento em termos de teor de ésteres no biodiesel obtido	38
Figura 15. Teor de ésteres em função da temperatura e concentração de catalisador....	38
Figura 16. Teor de ésteres em função da temperatura e razão molar álcool/óleo	39
Figura 17. Teor de ésteres em função da concentração de catalisador e razão molar	40

LISTA DE ABREVIACES

ABNT – Associao Brasileira de Normas Tcnicas

ANP – Agncia Nacional do Petrleo, Gs Natural e Biocombustveis

ANVISA – Agncia Nacional de Vigilncia Sanitria

ASTM – American Society for Testing and Materials

BMORS – Biodiesel metlico de leo residual de soja

CEN – Comit Europen de Normalisation

ISSO – International Organization for Standardization

KOH – Hidrxido de potssio

ORS – leo residual de soja

PCC – Planejamento Composto Central

AOAC – American Oil Chemist’s Society

RANP – Resolues da Agncia Nacional do Petrleo, Gs Natural e Bicom bustveis

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
1.1	Justificativa e relevância	15
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	16
2.1	Óleos e gorduras	16
2.2	Óleos residuais na produção de biodiesel	16
2.3	Composição dos óleos e gorduras	17
2.4	Biocombustíveis	18
2.4.1	Histórico	18
2.4.2	Biodiesel	19
3	OBJETIVOS	23
3.1	Objetivo geral	23
3.2	Objetivos específicos	23
4	MATERIAL E MÉTODOS	24
4.1	Tratamento do óleo a ser submetido às reações de transesterificação	24
4.2	Análises físico-químicas do óleo preparado para as reações	25
4.2.1	Determinação das características do índice de acidez para o óleo residual de soja	25
4.2.2	Determinação do índice de peróxido	26
4.2.3	Determinação da densidade absoluta do biodiesel	27
4.3	Otimização da síntese do biodiesel	28
4.3.1	Reação de transesterificação do óleo residual de soja	28
4.3.2	Separação das fases contendo o biodiesel e o glicerol	29
4.3.3	Refino do biodiesel obtido	30
4.3.4	Viscosidade Cinemática	31
4.3.5	Determinação da composição dos ácidos graxos do biodiesel	32
4.3.6	Determinação do teor de ésteres totais do biodiesel	33
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	34
5.1	Caracterização físico-química do óleo de soja residual	34
5.2	Caracterização físico-químicas do biodiesel obtido	35
5.3	Otimização da obtenção do biodiesel a partir do ORS	36
6	CONCLUSÕES	41

7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	42
---	---	----

1 INTRODUÇÃO

1.1 Justificativa e relevância

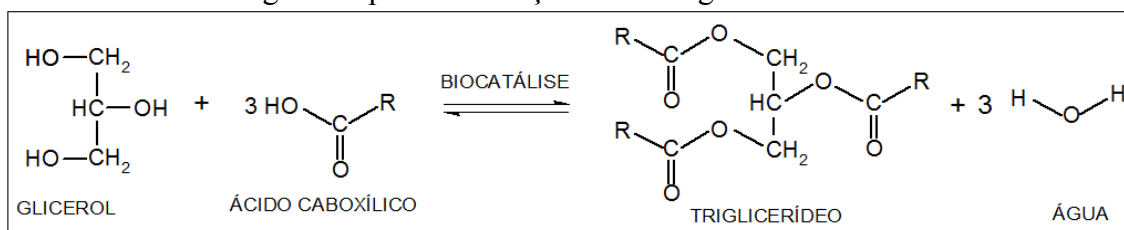
A intensa busca, sobretudo nos tempos mais atuais, por combustíveis alternativos de fontes renováveis, tem colocado como prioridade a biomassa como matéria prima para a produção desses combustíveis (LIMA, 2010). Esse fato pode ser perfeitamente ilustrado com a utilização da cana-de-açúcar para a produção de etanol no Brasil. Semelhante à substituição da gasolina pelo etanol na alimentação de motores automotivos, o diesel mineral vem sendo, gradualmente, substituído pelo biodiesel (combustível obtido de fontes renováveis) (RABELO, 2004). Este contexto tem gerado um grande incentivo para realização de novas e intensas pesquisas, tanto na academia quanto na indústria. Neste sentido, matérias primas como alternativas, das mais diversas origens têm sido investigadas e uma dessas possibilidades é o óleo residual, principalmente pelo caráter econômico e ambiental em que os óleos residuais estão enquadrados (WUST, 2004). O material mais utilizado para a produção de biodiesel no Brasil é o óleo refinado de soja. Sendo assim, a otimização da obtenção de biodiesel a partir de óleos residuais pode ser considerado um procedimento de grande importância, pois uma das etapas mais dispendiosas do processo de produção de biodiesel é a obtenção da matéria prima.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 Óleos e gorduras

Óleos e gorduras são substâncias que possuem como principais constituintes os triglicerídeos. O triglicerídeo são formados por reação de esterificação entre um glicerol e um ácido graxo segundo figura 1.

Figura 1. Representação da equação geral da esterificação de um ácido graxo com glicerol para a formação de um triglicerídeo.



Fonte: (PEREIRA, 2010)

A diferença existente entre óleos (fase líquida) e gorduras (fase sólida) é provocada pela variação na fração de grupos acila saturados e insaturados. As gorduras são formadas por triglicerídeos constituídos majoritariamente por ácidos graxos saturados e, normalmente apresentam um número de átomos de carbono maior ou igual a dez e, são sólidos à temperatura ambiente. De forma diferente das gorduras, os óleos possuem predominância de triglicerídeos compostos por ácidos graxos insaturados e são líquidos à temperatura ambiente (BELTRÃO, 2008).

2.2 Óleos residuais na produção de biodiesel

A utilização de óleos residuais para obtenção de biodiesel tem se tornado um fato relevante nas pesquisas voltadas a solucionar a problemática gerada pela escassez, alto preço e a perspectiva da futura extinção dos combustíveis fósseis. Por isso uma boa alternativa seria o aproveitamento dos óleos residuais para a produção de biocombustíveis, já que esses óleos apresentam a possibilidade de serem transformados em biodiesel (BATISTA, 2012). A grande vantagem de se utilizar essa matéria prima é o seu valor que é bem mais baixo do que óleos refinados (RAMOS, 2011). Outro aspecto importante é o fator ambiental, pois grande parte dos óleos residuais gerados nas atividades domésticas é descartada nas pias que, por sua vez, são lançados nas redes

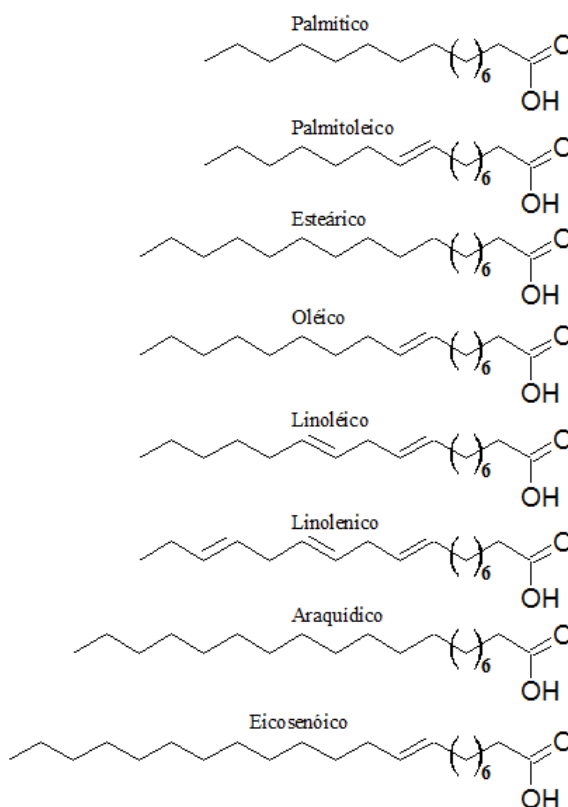
de esgoto, tendo como consequência a contaminação dos cursos hídricos, provocando prejuízos à flora e fauna (PEREIRA, 2018).

Dentro do contexto da produção de biodiesel faz-se necessário destacar uma atenção especial, no desenvolvimento de pesquisas que conciliem a minimização do descarte dos óleos residuais de maneira inadequada, com o seu aproveitamento energético para convertê-los em biocombustíveis, neste sentido a produção de biodiesel a partir de óleos residuais atendem aos requisitos associados à viabilidade econômica e ambiental, tão requisitada na produção de combustíveis limpos e renováveis (VELOSO, 2012).

2.3 Composição dos óleos e gorduras

Ácidos graxos que compõem os triglicerídeos são ácidos orgânicos de cadeia normal, os quais se diferenciam no número de carbonos que compõem a sua cadeia e na quantidade de insaturações (OLIVEIRA, 2008). Na figura 2 são demonstradas estruturas de alguns ácidos graxos que formam os triglicerídeos.

Figura 2. Principais ácidos graxos compostos nos óleos e gorduras



Fonte: A (autora)

2.4 Biocombustíveis

Como alternativa e fonte de energia renováveis, tem-se os biocombustíveis, vindos de produtos agrícolas como biomassa florestal, plantas oleaginosas, açúcar de diversas outras fontes de matéria orgânica. O biocombustível tem a possibilidade de ser utilizados tanto como mistura aos combustíveis tradicionais, quanto isolados. Para exemplificar, tem-se o etanol, o biodiesel, o gás metano, o carvão vegetal (LOFRANO, 2008).

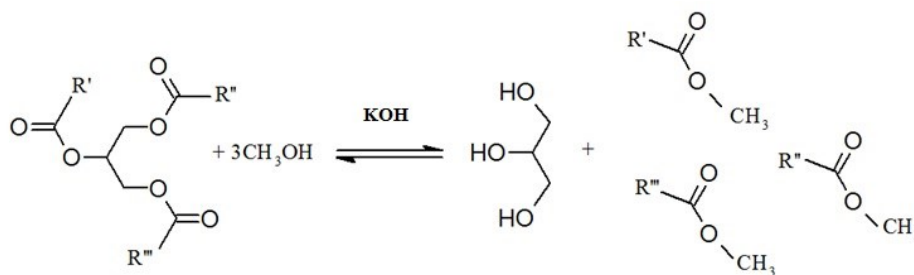
2.4.1 Histórico

A utilização dos óleos vegetais em motores a diesel vem sendo observada há muitos anos. O óleo de amendoim, em motores de combustão a compressão, foi utilizado nas primeiras experiências. Rudolf Diesel, o inventor do motor diesel, mostrou na Exposição Universal de Paris o protótipo de motor que utilizava óleo de amendoim. Entretanto com a grande oferta de combustíveis fósseis e com o progresso dos derivados do petróleo fizeram com que esta alternativa, pelo menos olhando pelo lado econômico, ficasse sem relevâncias para o mercado (OSAKI, 2008).

No início, usavam-se os óleos vegetais *in natura* para testes como formas alternativas de combustível, contudo por causa de sua alta viscosidade aconteceram problemas operacionais, por exemplo: (a) ocorrência de gomas durante a estocagem dos óleos e diminuição da eficiência de lubrificação, devido às reações de oxidação e polimerização dos mesmos (principalmente no caso de óleos insaturados); (b) obstrução dos filtros de óleo e bicos injetores; (c) diluição parcial do combustível no lubrificante; (d) comprometimento da durabilidade do motor e aumento em seus custos de manutenção; e (e) produção de acroleína durante a combustão, uma substância altamente tóxica e cancerígena, formada pela decomposição térmica do glicerol (RAMOS, 2011).

Como solução do problema da viscosidade dos óleos vegetais, usou-se a reação de transesterificação, onde ocorre quebra da molécula do óleo, separando a glicerina dos ácidos graxos que são rearranjados dos ácidos graxos com álcool, resultando em ésteres mono-alquílicos segundo a figura 3 (RODRIGUES, 2007).

Figura 3. Representação geral da reação de transesterificação



Fonte: (a autora)

Com o tratamento foi possível vencer as dificuldades que havia com a combustão e, assim, o uso do biodiesel se tornou viável sem que fossem feitas diversas adaptações nos motores, como por exemplo, o uso dos sistemas de injeção de alta pressão ou pré-aquecimento (RAMOS, 2011).

O cientista belga Charles G. Chavanne, no ano de 1937, criou a patente do processo de transesterificação, e o óleo vegetal transesterificado foi nomeado como “biodiesel”, para que assim pudesse referir seu uso em motores diesel como combustível (OSAKI, 2008). Uma vez que foi registrado na literatura (ver Assumpção-2006), o primeiro uso de combustíveis transesterificados aconteceu em 1938, gerado a partir de óleos vegetais, tendo seu funcionamento efetivo em um ônibus de passageiros na linha Bruxelas-Luvain, na Belgica (RODRIGUES, 2007).

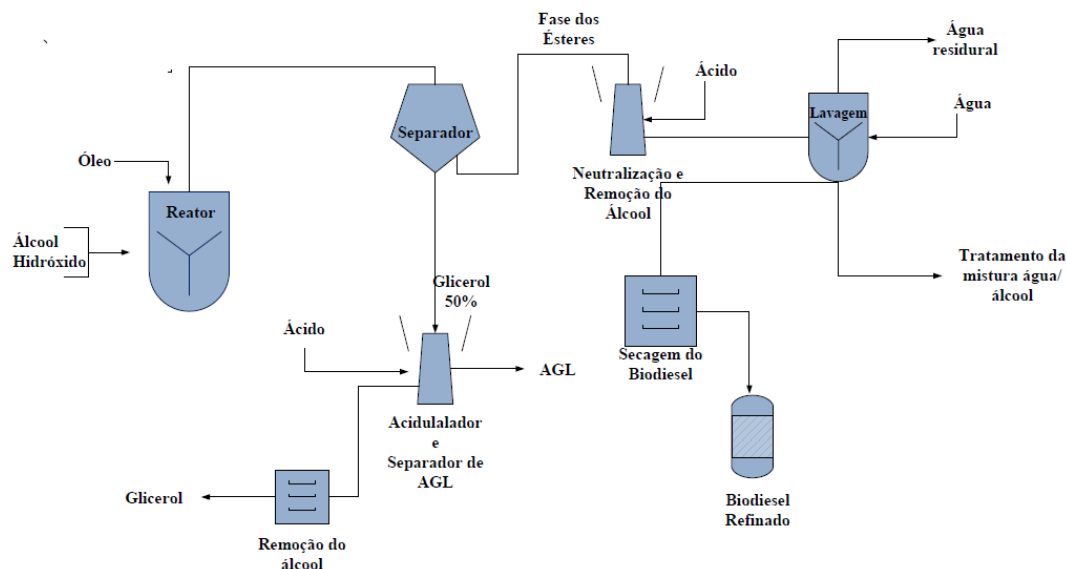
2.4.2 Biodiesel

Os transportes realizados por veículos movidos a diesel representam grande importância na economia mundial, por outro lado o grande aumento da utilização deste combustível fóssil tem causado preocupações a nível global, sendo que estes cuidados estão relacionados a fatores tais como a elevação no preço do petróleo, sustentabilidade ambiental, preocupação com o esgotamento das reservas energéticas (PEREIRA, 2010). Tais fatos têm levado a comunidade científica a uma intensa investigação no sentido de encontrar combustíveis provindos de fontes renováveis. Dentre as alternativas sustentáveis encontra-se o biodiesel, que pode ser definido como uma mistura de ésteres (metílicos ou etílicos) advindos da transesterificação de óleos vegetais ou gorduras animais. O biodiesel tem propriedades que o tornam apto a substituir parcial ou totalmente o diesel mineral para alimentar motores movidos por compressão interna, desde que atenda alguns parâmetros estabelecidos por normas legislativas (ANP, 2008). O biodiesel apresenta algumas vantagens com relação ao diesel convencional, o mesmo

se configura como um combustível ambientalmente correto, pois é biodegradável, não tóxico, o dióxido de carbono emitido pela sua queima é absorvido pelas plantas destinadas a sua produção, além de não possuir enxofre em sua composição. Grande parte dos óleos vegetais destinados à produção do biodiesel é também destinada à alimentação humana, a exemplo do óleo soja, o que pode causar conflito entre alimentação e matriz energética (OSAKI, 2008).

A quantidade de matéria prima que pode ser utilizada para a produção de biodiesel é bastante ampla, pois em se tratando de materiais que possuem triglicerídeos e, conseqüentemente ácidos graxos saponificáveis ligados à cadeia do triglicerídeo quase todos compostos de ácidos graxos podem ser destinados à reação de transesterificação. O processo mais utilizado, mundialmente, para a produção de biodiesel é o processo da transesterificação alcalina homogênea, que possui várias etapas até ao biodiesel refinado, processo este que pode ser representado fluxograma presente na figura 4 (RODRIGUES, 2007).

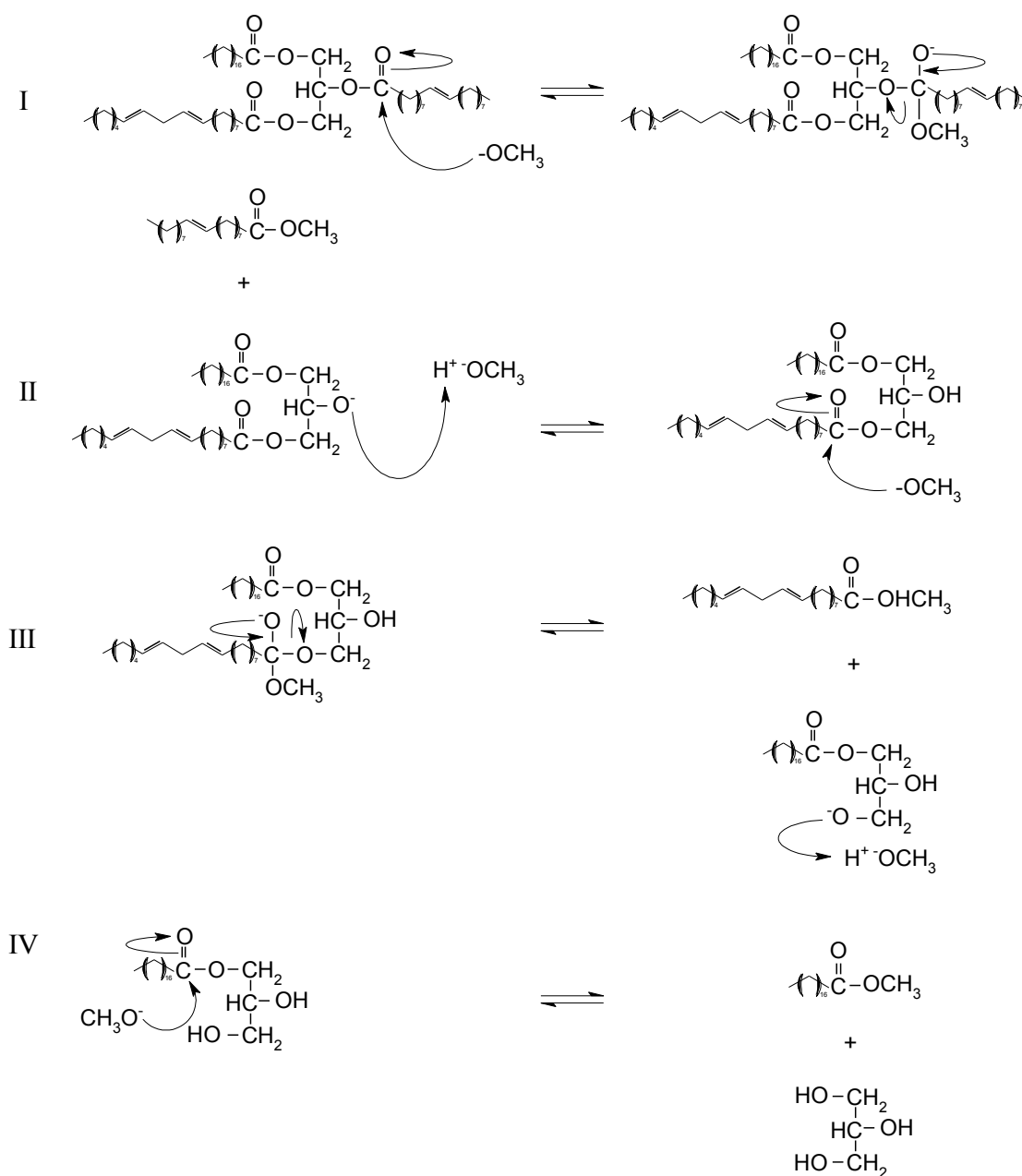
Figura 4. Fluxograma do processo para a produção de biodiesel através de transesterificação alcalina homogênea.



Fonte: (Pereira, 2015)

Neste trabalho foram realizadas reações de transesterificação homogênea utilizando, como matéria prima, o óleo residual de soja. A reação de transesterificação alcalina homogênea possui etapas, cujo mecanismo pode ser representado pela figura 5.

Figura 5. Mecanismo da reação de transesterificação por catálise alcalina.



Fonte: Pereira (2010)

No Brasil o biodiesel é comercializado na forma de blenda, ou seja, como mistura no diesel mineral. Atualmente são adicionados ao diesel mineral, vendido nos postos de combustíveis brasileiros, 8% de biodiesel, sendo que a lei 13.263/2016 estabelece um cronograma com os seguintes percentuais mínimo de 9% até março de 2018 e 10% até março de 2019 (ANP, 2016).

O órgão que regulamenta as especificações para o biodiesel no Brasil e determina o seu controle de qualidade é a Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e

Biocombustíveis – ANP, através do emprego das normas da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), das normas internacionais da "American Society for Testing and Materials" (ASTM), da "International Organization for Standardization" (ISO) e do "Comité Européen de Normalisation" (CEN).

Material e métodos

3 OBJETIVOS

3.1 Objetivo geral

O objetivo geral deste trabalho foi otimizar a obtenção de ésteres metílicos a partir de óleo residual de soja, geralmente descartado após terem sido utilizados em atividades culinárias.

3.2 Objetivos específicos

Com a finalidade de alcançar o objetivo geral foram estabelecidos os seguintes objetivos específicos.

- ✓ Realizar o tratamento do óleo residual
- ✓ Determinar as características físico-químicas do óleo tratado (densidade, índice de acidez, teor de ácidos graxos livres e índice de peróxido.
- ✓ Realizar as reações de transesterificação de acordo com o planejamento experimental.
- ✓ Refinar o biodiesel obtido
- ✓ Determinar as características físico-químicas do biodiesel obtido (viscosidade cinemática, densidade, índice de acidez, e índice de peróxido e teor de ésteres.
- ✓ Avaliar a influência das variáveis e seus respectivos níveis determinados.

4 MATERIAL E MÉTODOS

As etapas para a realização deste trabalho estão representadas pelo fluxograma descrito na figura 6.

Figura 6. Fluxograma geral descrevendo as etapas desenvolvidas



Fonte: (a autora)

4.1 Tratamento do óleo a ser submetido às reações de transesterificação.

A obtenção da matéria prima se tornou o ponto de partida a fim de que os procedimentos experimentais propostos para que a pesquisa que originou este trabalho fosse desenvolvida, ou seja, o óleo residual de soja. O mesmo foi obtido como resíduos domésticos após serem utilizados em frituras de alimentos. Faz-se necessário ressaltar que não foi levado em conta o meio de condicionamento desse resíduo e nem mesmo seu processo de utilização, antes que o mesmo chegasse ao laboratório. O óleo residual foi, previamente, submetido a um procedimento de retirada das impurezas através de filtração à vácuo, bem como a eliminação da umidade nele contidas utilizando material adsorvente .

Previamente às análises físico-químicas do óleo foi realizada o seu tratamento para a submissão às reações químicas de conversão dos triglicerídeos em ésteres. O processo foi iniciado com filtração por gravidade por uma peneira de malha fina, em que se retiraram os sólidos de maiores dimensões. Posteriormente realizou-se uma filtração a vácuo através de um sistema contendo bomba a vácuo, na qual foi conectada uma mangueira ligando-a ao kitassato, onde foi introduzido um funil de büchner coberto por um papel de filtro e separados por uma alonga de borracha conseguindo, assim a retenção dos particulados (figura 7). Para a retirada da umidade foi montado um sistema a vácuo semelhante ao descrito anteriormente, porém substituindo o funil de büchner,

por um funil de placa sinterizada com uma camada de dióxido de silício (sílica) Tixosil 333 marca Rhodia.

Figura 7. Sistema utilizado para filtrar as impurezas presentes no óleo residual de soja



Fonte: (a autora)

4.2 Análises físico-químicas do óleo preparado para as reações.

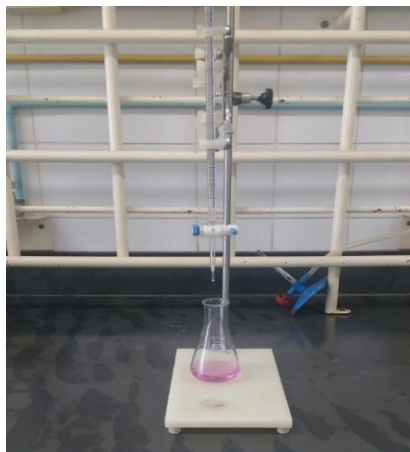
O óleo foi analisado com a finalidade de determinar as seguintes características: índice de acidez, índice de saponificação, índice de peróxido e densidade absoluta.

4.2.1 Determinação das características do índice de acidez para o óleo residual de soja.

O índice de acidez foi determinado conforme método da AOAC – 940.28, (RODRIGUES, 2007)

Inicialmente foi montado o sistema de titulação apresentado na Figura 8. Em seguida, transferiram-se para um erlenmeyer de 125 mL dois gramas da amostra a ser analisada, adicionaram-se ao recipiente 25 mL da solução neutra de éter etílico mais álcool etílico, na proporção de volume 3:2 respectivamente. Foram adicionadas ao erlenmyer duas gotas de solução de fenolftaleína alcoólica 1% e titulou-se a solução com solução de KOH 0,1 mol. L⁻¹ até a predominância de uma coloração rosa claro.

Figura 8. Sistema utilizado para a determinação do índice de acidez



Fonte: (a autora)

O índice de acidez foi determinado pela razão entre a massa em miligramas de hidróxido de consumida na titulação pela massa da amostra de biodiesel titulada.

$$\frac{\text{Índice de acidez} = V \times f \times 5,61}{p} \quad \text{Equação 1}$$

Sendo:

V = Volume de KOH gasto na titulação (mL)

f = Fator de correção da solução KOH

P = Massa da amostra (g)

5,61 = Equivalente em grama de KOH (solução 0,1 M)

4.2.2 Determinação do índice de peróxido

O índice de peróxido do óleo residual de soja e do biodiesel obtido de foi determinado com base no método AOAC – 965.33 (RODRIGUES, 2007).

Primeiramente foi montado o sistema de titulação. Em um erlenmeyer de 250 mL pesaram-se aproximadamente 5,0 g de amostra e, foram adicionados 30 mL de uma mistura contendo ácido acético e clorofórmio na proporção 3:2. A solução foi agitada e homogeneizada. Ao erlenmyer foi adicionado 0,5 mL de solução saturada de iodeto de potássio e aguardou-se pelo tempo de um minuto em local sob proteção da luminosidade. Logo após, realizou-se a titulação da solução em 30 mL de água destilada com tiosulfato de sódio a concentração $0,1 \text{ molL}^{-1}$. Adicionou-se sobre a mistura de coloração alaranjada 0,5 mL de solução 1% m/m de amido, previamente preparada, o

que resultou na mudança da coloração de alaranjado para azul escuro. Continuou-se a titulação com o tiossulfato até o desaparecimento da cor azul. Um ensaio branco foi realizado em paralelo.

O índice de peróxido da amostra de biodiesel adquirido foi através da equação 2.

$$\text{Índice de peróxido} = \frac{(V_a - V_b) \times N \times f \times 1000}{m} \quad \text{Equação 2}$$

Sendo: IP = Índice de peróxidos /1000g de amostra de óleo

V_a = Volume (mL) da solução titulante gasta para a amostra de óleo

V_b = Volume (mL) da solução titulante gasta para o branco

m = Massa de amostra de óleo (g)

N = Normalidade da solução titulante

f = Fator de correção da solução de tiossulfato de sódio 0,1N

4.2.3 Determinação da densidade absoluta do biodiesel

Primeiramente em uma balança analítica, foi pesada a massa do picnômetro vazio. Em seguida, preencheu-se o picnômetro com água destilada a fim de calibrá-lo e anotou a massa do mesmo. O recipiente do picnômetro foi preenchido com a amostra de modo a evitar a formação de bolhas ao longo da vidraria. Este foi, em seguida, pesado e a densidade do biodiesel calculada através da seguinte equação 3.

$$\rho = \frac{A - b}{c} \quad \text{Equação 3}$$

Sendo:

A = Massa do picnômetro contendo a amostra

B = Massa do recipiente vazio

C = Massa da água à temperatura ambiente (20 °C)

4.3 Otimização da síntese do biodiesel

A síntese do biodiesel foi otimizado através da avaliação de três diferentes fatores e seus respectivos níveis que podem ou não influenciar significativamente na produção do biodiesel metílico obtido a partir do óleo residual de soja (BMORS). Os procedimentos para a obtenção otimizada do biodiesel pela aplicação do Planejamento Composto Central (PCC). O PCC é composto de um planejamento fatorial 2^3 mais triplicata no ponto central e quatro experimentos em pontos axiais (planejamento estrela). Foram selecionados três fatores, em dois níveis cada (28 °C e 42 °C para a temperatura do sistema; 0,5% e 1,6% para a concentração do catalisador e 6:1 8:1 para a razão molar álcool/óleo). Para avaliar o efeito sobre a produção do biodiesel. Uma das vantagens de se utilizar um PCC é a possibilidade de se reduzir o número de réplicas, além de poder analisar possíveis interações entre os fatores. Os fatores e seus respectivos níveis estão apresentados na tabela 1.

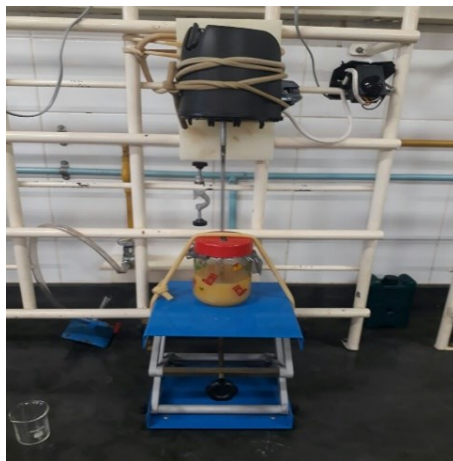
Tabela 1. Valores dos níveis dos fatores para obtenção do BMOSR.

Variáveis		Níveis				
		$-\alpha$	-1	0	+1	$+\alpha$
X_1	= Temperatura (°C)	23	28	35	42	46
X_2	= Catalisador (%)	0,3	0,5	1,0	1,6	1,8
X_3	= Razão molar	5,3:1	6:1	7:1	8:1	9,0:1

4.3.1 Reação de transesterificação do óleo residual de soja

Para a conversão dos triglicerídeos, contidos no óleo, em ésteres metílicos foram realizadas reações de transesterificação alcalina através da agitação da mistura composta pelo óleo tratado, segundo os procedimentos descritos na metodologia apresentada neste documento mais álcool metílico e hidróxido de potássio. O sistema foi adaptado especificamente para a realização das reações propostas. O aparato, adaptado para o experimento, foi composto de uma hélice giratória movimentada por um motor de ventilador, um pote de vidro servindo como vaso reacional e uma plataforma elevadora para nivelar o pote de vidro na altura ideal. O sistema está ilustrado na figura 9.

Figura 9. Sistema adaptado para realizar a reação de transesterificação



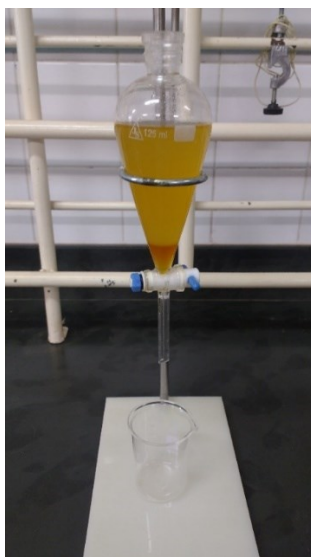
Fonte: (a autora)

As condições da reação envolvendo temperatura, concentração do catalisador e razão molar álcool/óleo foram determinadas pelo PCC elaborado para o experimento. Foram adicionados ao vaso reacional aproximadamente 100 gramas de óleo, a massa pré-definida de hidróxido de potássio e a massa de metanol correspondente à razão molar de cada corrida experimental planejada. Posteriormente à adição dos reagentes iniciou-se o processo de agitação vigorosa por um período de 50 minutos para cada ensaio.

4.3.2 Separação das fases contendo o biodiesel e o glicerol

O material líquido obtido pela reação de transesterificação foi transferido a um funil de decantação a fim de conseguir a separação das fases, que se deu por gravidade, de forma espontânea. A fase mais densa contendo o glicerol foi removida e acondicionada para destino adequado figura 10.

Figura 10. Sistema utilizado para realizar a separação das fases



Fonte: (a autora)

4.3.3 Refino do biodiesel obtido

A fase contendo os ésteres metílicos foi destinada ao procedimento de refino, sendo neutralizada com solução metanólica de $\text{HCl } 0.5 \text{ molL}^{-1}$, sendo que, para a visualização do ponto de equivalência foi utilizado papel indicador universal da marca Merck. A seguir foram realizadas sucessivas lavagens da solução, com água destilada, até que a água utilizada na lavagem apresentasse aspecto límpido figura 11.

Figura 11. Sistema utilizado para a lavagem da fase contendo o biodiesel



Fonte: (a autora)

O biodiesel resultante da lavagem foi filtrado, secado através de sistema de filtração a vácuo utilizando um funil de placa sinterizada contendo uma camada de sílica (figura 12).

Figura 12. Sistema utilizado para a secagem do biodiesel



Fonte: (a autora)

Após a filtração do biodiesel notou-se, através do seu aspecto límpido e isento de impureza, que o mesmo poderia ser submetido às análises físico-químicas programadas. Para o biodiesel foram realizadas as seguintes caracterizações: índice de acidez, índice de peróxido, densidade absoluta, viscosidade cinemática e cromatografia gasosa.

Para a determinação do índice de acidez, índice de peróxido e densidade absoluta foram empregados os mesmos procedimentos utilizados para o óleo, descritos nas seções 4.2.1, 4.2.2, 4.2.3.

4.3.4 Viscosidade Cinemática

A viscosidade cinemática das amostras de biodiesel foi determinada em sistema adaptado, ilustrado na figura 13, utilizando um viscosímetro do tipo Ostwald de capilar 100 da marca Schott, com intervalo de fluxo adequado para a viscosidade do biodiesel. A temperatura do sistema foi estabilizada em 40 °C segundo as recomendações do fabricante do viscosímetro.

Figura 13. Sistema utilizado para determinar a viscosidade cinemática



Fonte: (a autora)

Ao viscosímetro foram introduzidos 15,0 mL do biodiesel e, com o auxílio de um pipetador de borracha tipo pera, promoveu-se a subida do líquido até a metade do bulbo superior. Posteriormente, deixou-se o líquido escoar com a finalidade de determinar o tempo gasto para percorrer da primeira até a segunda marca do bulbo.

As medidas da viscosidade cinemática das amostras de biodiesel foram determinadas através do produto entre a constante encontrada e o tempo, em segundos gasto no escoamento do biodiesel pelo viscosímetro. O tempo de escoamento foi determinado por um cronômetro marca Cronóbio SW 2018.

4.3.5 Determinação da composição dos ácidos graxos do biodiesel

A determinação da composição de ácidos graxos presentes no óleo utilizado para os experimentos foi realizada através do seguinte procedimento: Aproximadamente 250 mg de amostra de biodiesel foram adicionados em 5 mL de uma solução de metilheptadecanoato a 1,0 mg mL⁻¹ em n-heptano Pa. Os ésteres presentes no biodiesel foram separados em um cromatógrafo a gás marca Thermo modelo Focus GC em coluna capilar de sílica fundida com diâmetro interno 0,32 mm, espessura do filme 0,25 µm e comprimento de 30 m. As condições para a operação do cromatógrafo foram: temperatura da coluna isoterma a 200 °C; temperatura do injetor: 250 °C; temperatura do detector: 250 °C; gás de arraste: nitrogênio; razão de divisão da amostra 10:1; vazão

do gás de arraste: 2 mL/min. Após a separação descrita acima o tempo de retenção dos picos dos respectivos ésteres foram co-relacionados com os tempos dos picos de uma mistura padrão conhecida de ésteres metílicos de ácidos graxos da marca Aldrich, possibilitando identificar cada um dos ésteres presentes na composição do biodiesel.

4.3.6 Determinação do teor de ésteres totais do biodiesel

A determinação do teor dos ésteres foi realizada de acordo com a Norma européia EN 14103, que utiliza o heptadecanoato de metila como padrão interno. O método consiste em padronizar os picos dos ésteres da amostra com o padrão interno, solubilizados em heptano PA. Os cálculos para se obter o teor de ésteres da amostra de biodiesel são efetuados segundo a equação 4.

$$C = \frac{(\sum A) - A_{EI}}{A_{EI}} \times \frac{C_{EI} \times V_{EI}}{m} \times 100\% \quad \text{Equação 4}$$

Sendo:

$\sum A$ é a área total dos picos dos ésteres do biodiesel analisado

A_{EI} é área do pico do padrão interno

C_{EI} é a concentração em mL/mg do padrão interno contido na solução

V_{EI} é o volume da solução preparada

m é a massa em miligramas do biodiesel

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Caracterização físico-química do óleo de soja residual

A densidade absoluta do óleo é uma característica importante a ser analisada em óleos residuais, pois dessa forma podemos avaliar o quanto o óleo pôde ou não ter perdido suas propriedades originais, principalmente com relação aos seus triglicerídeos. A densidade do ORS utilizado neste trabalho apresentou um intervalo de 0,953 – 0,954 g mL^{-1} que é maior que o recomendado pela AVISA que é 0,916 – 0,922 g mL^{-1} (Rodrigues, 2007). Ou seja, o óleo residual é mais viscoso do que o óleo que não passou pelo processo de fritura. Esse fato pode ser compreendido pelo fato de que ao ser submetido a altas temperaturas são provocadas alterações nas propriedades químicas dos triglicerídeos podendo, assim alterar suas propriedades físicas.

O índice de acidez é um dos parâmetros mais importantes para a determinação da rota de obtenção do biodiesel, sendo que um óleo com alto índice de acidez deve ser submetido a uma transesterificação ácida a fim de neutralizar os ácidos graxos livres presentes na amostra. O óleo utilizado neste trabalho apresentou 3,6 % m/v de ácidos graxos livres, o que o torna adequado para ser destinado à transesterificação alcalina, já que o limite recomendável é de até 5% m/v.

O índice de peróxido é uma característica que permite avaliar a estabilidade oxidativa dos óleos e gorduras. Isto ocorre devido às ações fortemente oxidantes dos peróxidos eliminados no processo de rancificação dos triglicerídeos, que formam os óleos e as gorduras. Esse parâmetro se estende aos ésteres originados do respectivo óleo, pela reação de transesterificação. Este fato exigiu que fosse elencada, como especificação, a estabilidade oxidativa nas normas do controle de qualidade do biodiesel comercializado no Brasil. A estabilidade oxidativa encontrada para o ORS foi 16,779 meq/100g de óleo. O resultado se apresenta um pouco acima do valor estabelecido pela ANVISA, que é de 10 meq/100g de óleo refinado de soja comercializado para alimentação, que é de seis unidades a menos. Na tabela 1 são apresentados os resultados obtidos através caracterização físico-química do OSR.

Tabela 2. Valores para as características físico-químicas analisadas do OSR

Característica	Unidade	Valor	Limite ANVISA
Densidade	g.mL ⁻¹	0,953 – 0,954	0,916 – 0,932
Índice de acidez	mgKOH/g	0,716	Anotar
Teor de ácidos graxos livres	% de AGL	3,00	Anotar
Índice de peróxido	meq/100g	16,8	10,0

5.2 Caracterização físico-químicas do biodiesel obtido

Para a determinação das características físico-químicas do BMORS utilizou-se a amostra do ensaio número um da matriz de experimentos. A escolha se deu pelo fato de este ensaio ter apresentado, entre os demais ensaios, o maior rendimento em teor de ésteres totais.

A viscosidade cinemática é uma especificação brasileira exigida pela ANP e tem como referência a norma européia prEN 14214, que estabelece um intervalo de 1,6 – 6,0 cSt (mm²s⁻¹) para o biodiesel comercializado. A viscosidade cinemática é diretamente proporcional ao aumento da cadeia dos ésteres e o grau de saturação. Um biodiesel obtido a partir de óleos com alto grau de saturação tende a ter viscosidade elevada. Isto pode ocasionar problemas de combustão danificando, assim, componentes como o bico injetor e a bomba injetora. O valor da viscosidade cinemática encontrado para o BMORS foi 4,13 cSt. Portanto, atende ao intervalo estabelecido pela ANP.

A densidade do biodiesel é um fator que está relacionado à estrutura molecular dos ésteres que compõe o biodiesel, sendo que quanto maior a cadeia carbônica dos monoésteres maior mais elevada será a sua densidade, porém o valor da densidade decresce com aumento das insaturações presentes na molécula. A RANP 2007/2008 (Resoluções da Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e biocombustíveis) estabelece uma faixa de valores entre 850 e 900 kgm⁻³ para o biodiesel comercializado no país. Neste sentido o BMORS atende à especificação, pois mesmo que apresentou uma densidade de 874 – 879 kgm⁻³.

A acidez é uma característica importante tanto na estocagem, onde pode indicar presença de água, quanto na preservação do motor, haja vista que um biodiesel que apresenta elevado índice de acidez tem o potencial de promover avarias nos

componentes do motor. A ANP estabelece uma limite máximo de 0,5 mgKOH/g de amostra. Sendo assim, o BMORS se enquadra dentro desse parâmetro, sendo que apresentou um índice de 0,41 mgKOH/g.

O índice de peróxido é um parâmetro que pode ser utilizados para monitoramento da degradação oxidativa do biodiesel durante o período de estocagem e, também do transporte do biodiesel. Um alto índice de peróxido pode indicar a presença de água no produto. O resultado para essa característica se mostrou satisfatório, pois o valor observado para o óleo analisado foi 16,779 meq/100g de óleo, outrossim para a mistura de ésteres encontrou-se um valor de 11,13 meq/100g de óleo, observando uma diminuição em cinco unidades após a transesterificação do ORS. É necessário informar que para uma análise mais confiável, além de oficial seria recomendável analisar o biodiesel no Rancimat, que é o equipamento específico para a análise da estabilidade oxidativa, que não foi realizado pelo fato de não se ter o equipamento disponível como multi-usuário. Os valores obtidos para as características físico-químicas do BMORS estão sumarizados na tabela 2.

Tabela 3. Valores para as características físico-químicas analisadas do BMORS

Característica	Unidade	Valor	Limites ANP
Viscosidade cinemática	mm ² .s ⁻¹	4,110– 4,13	3,00 – 6,00
Densidade	g.mL ⁻¹	0,740 – 0,791	0,750 – 0,900
Índice de acidez	mgKOH/g	0,410	0,500
Índice de peróxido	meq/100g	16,8	Anotar

5.3 Otimização da obtenção do biodiesel a partir do ORS

De acordo com a metodologia estabelecida aplicou-se ao experimento um planejamento composto central, que consiste da combinação de um planejamento fatorial, experimental no ponto central e planejamento axial (ou estrela), que corresponde a experimentos deslocados de $\pm \alpha$ nos níveis avaliados no planejamento fatorial. No presente estudo o valor de α foi de $\sqrt{2}$; isso possibilitou mensurar a distância compreendida entre o ponto axial e a origem. Na tabela 3 são apresentadas as respostas em termos de teor de ésteres para o biodiesel obtido a partir do óleo residual de soja.

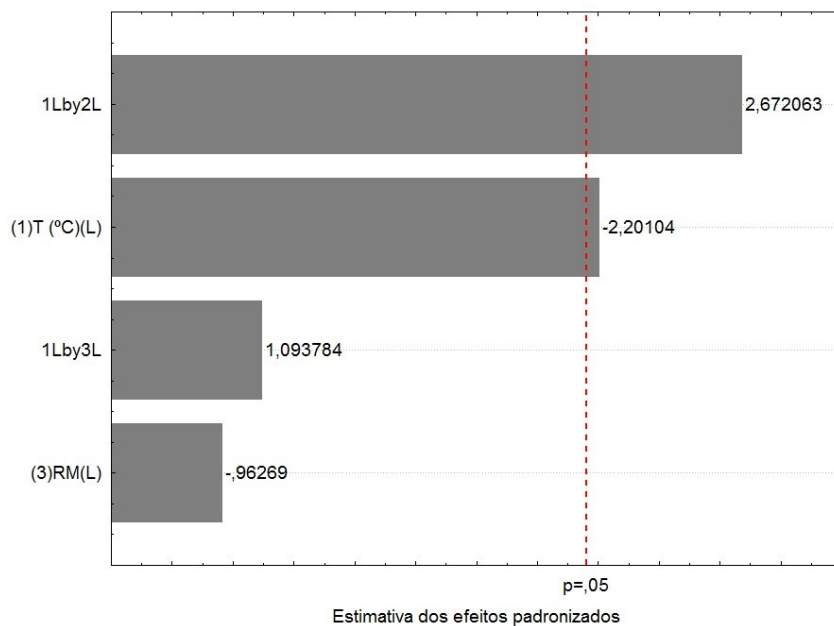
Tabela 4. Matriz do planejamento experimental e respostas em teor de ésteres

Corrida experimental	Temperatura (°C)	Concentração de catalisador (%)	Razão molar álcool/óleo	Teor de ésteres (%)
1	-1	-1	-1	96,8
2	-1	-1	1	64,3
3	-1	1	-1	64,5
4	-1	1	1	64,2
5	1	-1	-1	42,7
6	1	-1	1	44,5
7	1	1	-1	66,2
8	1	1	1	61,4
9	- α	0	0	65,4
10	+ α	0	0	66,5
11	0	- α	0	50,2
12	0	+ α	0	61,6
13	0	0	- α	65,2
14	0	0	+ α	67,8
15	0	0	0	69,6
16	0	0	0	66,8
17	0	0	0	19,9
18	0	0	0	49,8

Para cada uma das corridas onde se observa, nitidamente um maior valor no experimento 1, no qual foi realizado sob condições em que o valor do nível da três variáveis, ou seja, temperatura, concentração de catalisador e razão molar metanol/óleo residual foi -1. O valor mínimo exigido pela ANP é de 96,5% em teor de ésteres totais, sendo assim o experimento 1 atende a essa exigência.

De acordo com o diagrama de Pareto (figura 14), o único fator que exerce efeito linear sobre o aumento de teor de ésteres no biodiesel obtido de forma significativa foi o efeito da temperatura. Quanto aos efeitos quadráticos, apenas a interação entre a temperatura e a concentração do catalisador apresentou significância estatística.

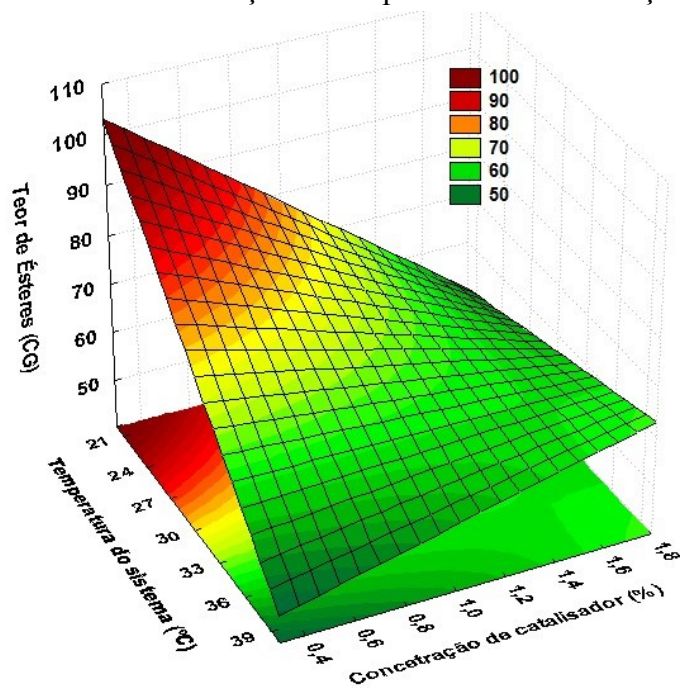
Figura 14. Diagrama de Pareto para os efeitos dos fatores sobre o rendimento em termos de teor de ésteres no biodiesel obtido



Fonte: (a autora)

Na figura 15 é apresentado o teor de éster em função da temperatura e da concentração do catalisador. Observa-se que a resposta foi maior em temperaturas abaixo de 29 °C.

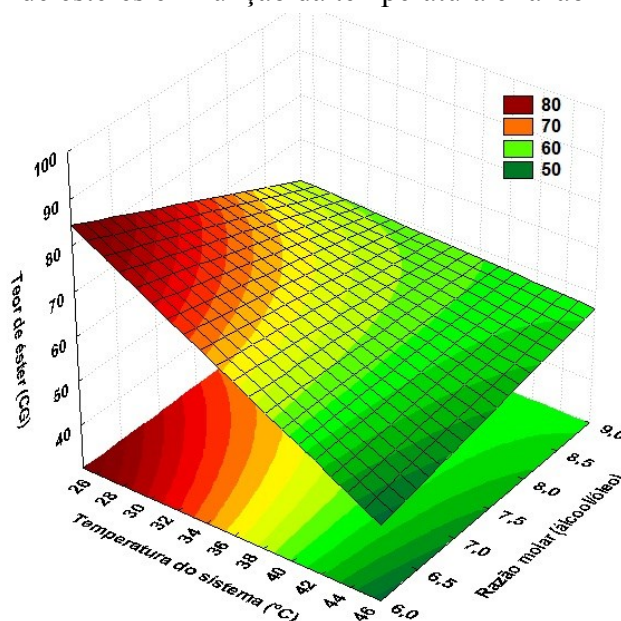
Figura 15. Teor de ésteres em função da temperatura e concentração de catalisador



Fonte: (a autora)

Na figura 16 é apresentado o teor de ésteres em função da temperatura e razão molar. Pode-se observar que no gráfico a resposta é maior em temperaturas abaixo de 29 °C, sendo o mesmo observado para razão molar álcool/óleo abaixo de 7,6/1.

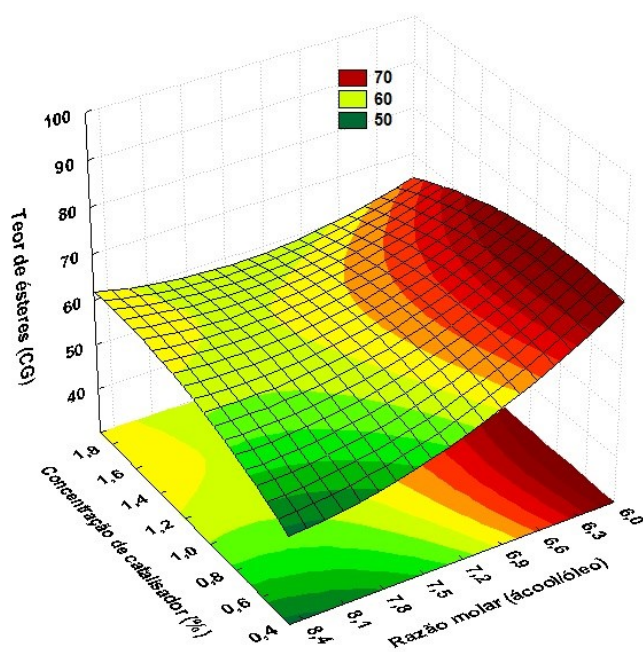
Figura 16. Teor de ésteres em função da temperatura e razão molar álcool/óleo



Fonte: (a autora)

Na figura 17 é apresentado o teor de ésteres em função da concentração de catalisador e razão molar. Pode-se observar que no gráfico a resposta é maior quando se utiliza catalisador em concentração abaixo de 1,5 e o mesmo ocorre em razão molar álcool/óleo abaixo de 7,6/1.

Figura 17. Teor de ésteres em função da concentração de catalisador e razão molar



Fonte: (a autora)

6 CONCLUSÕES

De acordo com os resultados encontrados e, levando em consideração os fatores econômico e ambiental concluiu-se que a utilização do óleo residual é uma opção recomendável para ser destinada à produção de biodiesel, pois além de ser uma matéria prima promissora com relação a estes dois aspectos, os resultados obtidos se mostraram satisfatórios, uma vez que os valores encontrados para as características analisadas se encontram compatíveis com os valores determinadas pelas normas vigentes no Brasil (ANP, ASTM e prEN 14214).. O baixo índice de acidez encontrado no óleo residual de soja permitiu que se realizasse a conversão dos triglicerídeos em monolésteres alquílicos por uma rota bastante rápida e econômica (rota alcalina homogênea). O valor do índice de peróxido (meq/100g de amostra) que fornece a possibilidade de correlacionar o seu valor com a estabilidade oxidativa apresentou um resultado pouco acima do índice de peróxido permitido pela ANVISA ao óleo de soja comercial que é 10 meq/100g de óleo. As análises realizadas para determinar a viscosidade cinemática e também a densidade proporcionaram resultados cujos valores atendem aos valores estabelecidos pela legislação vigente no Brasil. As respostas obtidas a partir do planejamento experimental utilizado nesta investigação permitiram visualizar regiões definidas para se conseguir maiores rendimentos em teor de ésteres, isso pode ser visualizado nos gráficos das superfícies de respostas. Concluiu que o único fator que exerce efeito linear sobre o aumento de teor de ésteres no biodiesel obtido de forma significativa foi o efeito da temperatura. Quanto aos efeitos quadráticos, apenas a interação entre a temperatura e a concentração do catalisador apresentou significância estatística. Faz-se necessário informar que não foi realizada uma análise canônica pelo fato de o ajuste da equação ter gerado gráficos com ponto de sela. Um fato importante de se salientar é que o ensaio de número um resultou um teor de 96,8 % de ésteres. Este valor atende à especificação da ANP que é no mínimo de 96,5 %.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BATISTA, A. C. F.; RODRIGUES, H.S.; PEREIRA, N.R.; HERNANDES-TERRONES, M.G.; VIEIRA, A.T.; OLIVEIRA, M.F. Use of baru oil (*Dipteryx alata* Vog.) to produce biodiesel and study of the physical and chemical characteristics of biodiesel/petroleum diesel fuel blends. **Chemistry and Technology of Fuels and Oils**, v. 48, n. 1, p. 13-16, 2012.
- BELTRÃO, N. E. M.; OLIVEIRA, M. I. P. **Oleaginosas e seus óleos: vantagens e desvantagens para produção de biodiesel**. Embrapa, 2008. Disponível em: <<https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/276836/1/DOC201.pdf>>. Acesso em: 13 jul. 2017.
- LIMA, A. L.; LIMA, A.P.; PORTELA, F.M.; SANTOS, D.Q.; NETO, W.B.; HERNANDES-TERRONES, M.G.; FABRIS, J.D. Parâmetros da reação de transesterificação etílica com óleo de milho para produção de biodiesel. **Eclética Química**, v. 35, n. 4, p. 101-106, 2010.
- LOFRANO, R.C. Z. Uma revisão sobre biodiesel. **Revista Científica do UNIFAE**, v. 2, n. 2, p. 83-89, 2008.
- OLIVEIRA, F.; C. C.; SUAREZ, P. A. Z. SANTOS, W.; L. P. Biodiesel: possibilidades e desafios. **Química Nova na Escola**, v. 28, p. 3-8, 2008.
- OSAKI, M.; BATALHA, M. O. Produção de biodiesel e óleo vegetal no Brasil: realidade e desafio. **Redalyc**, v. 13, n. 2, p. 227-242, 2008.
- PEREIRA, N. R. **Estudos oleoquímicos e obtenção de ésteres metílicos e etílicos a partir do óleo extraído do *Dipteryx alata* vog (baru)**. 2010. 89 f. Dissertação (Mestrado em Química) - Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2010.
- PEREIRA, N. R.; BARROZO, M.; RODRIGUES, H. S.; PORTELA, F. M.; ARRUDA, E.B.; RUGGIERO, R.. Analysis of the production of biodiesel catalyzed by sodium methoxide obtained from baru oil (*dipteryx alata* vog.): Using response surface methodology. **International Journal of Biotechnology and Allied Fields**, v. 4, n. 7, p. 299-311, 2016.
- RABELO, I. D.; HATAKEYAMA, K.; CRUZ, C. M. G.S. Estudo de desempenho de combustíveis convencionais associados a biodiesel obtido pela transesterificação de óleo usado em fritura. **Revista Educação & Tecnologia**, n. 8, p. 1-12, 2004.
- RAMOS, L. P.; SILVA, F.R.; MANGRICH, A.S.; CORDEIRO, C.S. Tecnologias de produção de biodiesel. **Revista Virtual de Química**, v. 3, n. 5, p. 385-405, 2011.
- RODRIGUES, H. S. **Obtenção de ésteres etílicos e metílicos, por reações de transesterificação, a partir do óleo da palmeira Latino Americana macaúba- *Acrocomia aculeata***. 2007. 236 f. Tese (Doutorado em Química). - Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras, Universidade de São Paulo, 2007.
- VELOSO, Y. M.; FREITAS, L.; AMARAL, J.H.; SANTOS, I.T.; ARAUJO, P.J.P.; LEITE, M.S. Rotas para reutilização de óleos residuais de fritura. **Caderno de Graduação-Ciências Exatas e Tecnológicas-UNIT**, v. 1, n. 1, p. 11-18, 2012.

WUST, E. Estudo da viabilidade técnico-científica da produção de biodiesel a partir de resíduos gordurosos. **Engenharia Sanitária e Ambiental**, v. 13, n. 3, p. 255-262, 2008.